



SKRIPSI - TK 141581

**OPTIMASI EKSTRAKSI SENYAWA FITOKIMIA  
DARI TEMULAWAK MENGGUNAKAN FLUIDA  
CO<sub>2</sub> SUPERKRITIS DAN ETHANOL SEBAGAI  
ENTRAINER DENGAN METODOLOGI RESPON  
PERMUKAAN *BOX BEHNKEN DESIGN* (BBD)**

DIANO WIRADIESTIA  
NRP. 0221 1545 000 030

PUNDHI TRIONGGO JATI  
NRP. 0221 1545 000 031

Dosen Pembimbing:  
Dr. Siti Machmudah, S.T., M.Eng.  
NIP. 1973 05 12 1999 03 2001

Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng.  
NIP. 1952 09 16 1980 03 1002

DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA 2018



**SKRIPSI – TK 141581**

**OPTIMASI EKSTRAKSI SENYAWA FITOKIMIA  
DARI TEMULAWAK MENGGUNAKAN FLUIDA  
CO<sub>2</sub> SUPERKRITIS DAN ETHANOL SEBAGAI  
ENTRAINER DENGAN METODOLOGI RESPON  
PERMUKAAN *BOX BEHNKEN DESIGN* (BBD)**

**Diano Wiradiestia  
NRP. 0221 1545 000 030**

**Pundhi Trionggo Jati  
NRP. 0221 1545 000 031**

**Dosen Pembimbing:  
Dr. Siti Machmudah, S.T., M.Eng.  
NIP. 1973 05 12 1999 03 2001**

**Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng.  
NIP. 1952 09 16 1980 03 1002**

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA 2018**

***“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”***



**FINAL PROJECT – TK 141581**

**OPTIMIZATION OF PHYTOCHEMICAL COMPOUNDS  
EXTRACTION FROM *CURCUMA XANTHORRIZA*  
*ROXB* USING SUPERCRITICAL CO<sub>2</sub> AND ETHANOL AS  
AN ENTRAINER WITH RESPON SURFACE  
METHODOLOGY BOX BEHNKEN DESIGN (BBD)**

**Diano Wiradiestia  
NRP. 0221 1545 000 030**

**Pundhi Trionggo Jati  
NRP. 0221 1545 000 031**

**Advisor:**

**Dr. Siti Machmudah, S.T., M. Eng.  
NIP. 1973 05 12 1999 03 2001**

**Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng.  
NIP. 1952 09 16 1980 03 1002**

**CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT  
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA 2018**

***“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”***

## LEMBAR PENGESAHAN

**OPTIMASI EKSTRAKSI SENYAWA FITOKIMIA DARI  
TEMULAWAK MENGGUNAKAN FLUIDA CO<sub>2</sub>  
SUPERKRITIS DAN ETILANOL SEBAGAI ENTRAINER  
DENGAN METODOLOGI RESPON PERMUKAAN BOX  
BEHINDEN DESIGN (BRD)**

Diajukan Untuk Memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar  
Sarjana Teknik Kimia pada Program Studi S-1  
Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh :

**Diano Wiradiestia**

**02211545000030**

**Pundhi Trionggo Jati**

**02211545000031**

Disetujui Oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Dr. Siti Machmudah, S.T., M. Eng.  
(Pembimbing I)
2. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng.  
(Pembimbing II)
3. Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA  
(Penguji I)
4. Dr. Tantular Nurtono, S.T., M. Eng.  
(Penguji II)
5. Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng.  
(Penguji III)



**SURABAYA  
JANUARI 2018**

# **“OPTIMASI EKSTRAKSI SENYAWA FITOKIMIA DARI TEMULAWAK MENGGUNAKAN FLUIDA CO<sub>2</sub> SUPERKRITIS DAN ETHANOL SEBAGAI ENTRAINER DENGAN METODOLOGI RESPON PERMUKAAN *BOX BEHNKEN DESIGN (BBD)*”**

**Nama Mahasiswa : Diano Wiradiestia      (02211545000030)**  
**Pundhi Trionggo Jati      (02211545000031)**

**Pembimbing : Dr. Siti Machmudah, S.T., M.Eng**  
**Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng**

## **ABSTRAK**

Penelitian ini bertujuan untuk mengekstrak senyawa fitokimia dari temulawak (*curcuma xanthorrhiza roxb*) dengan CO<sub>2</sub> superkritis dan etanol sebagai entrainer, untuk menentukan yield dan recovery kurkumin yang terekstrak, serta untuk menentukan kondisi operasi ekstraksi yang optimum. Ekstraksi dilakukan pada suhu 40, 60, dan 80°C, tekanan 15, 20, dan 25 MPa, serta laju alir CO<sub>2</sub> sebesar 4, 6, dan 8 mL/menit, dengan variabel tetap entrainer yaitu etanol sebanyak 2,5 mL. Kandungan ekstrak dianalisa menggunakan Spektrofotometer UV–Vis. Dari hasil eksperimen didapatkan bahwa yield kurkumin yang terekstrak dari temulawak berkisar antara 0,151075 - 0,151179 gr/gr sampel, dengan % recovery kurkumin tertinggi berkisar antara 18,4027 – 18,4887%.

Kondisi optimal dari ekstraksi kurkumin menggunakan CO<sub>2</sub> superkritis ditentukan dengan metodologi respon permukaan. Sebuah desain Box-Behnken (BBD) diaplikasikan untuk mengevaluasi efek dari tiap variabel. Pada Hasil analisis regresi matematis menunjukkan bahwa model polinomial kuadrat dapat digunakan untuk mengoptimalkan ekstraksi kurkumin CO<sub>2</sub> superkritis. Kondisi operasi optimum untuk memperoleh recovery adalah dengan menggunakan tekanan 25 MPa, suhu 50°C dan laju

alir 6 mL/min. Sedangkan untuk yield, kondisi operasi optimumnya adalah tekanan 25 MPa, suhu 40°C dan laju alir 6 mL/min. Data hasil eksperimen sesuai dengan hasil prediksi dengan analisis varians. Hal ini mengindikasikan kesesuaian model yang digunakan dan keberhasilan metodologi respon permukaan untuk mengoptimalkan kondisi ekstraksi yang diharapkan. Dari ketiga variabel yang digunakan, yang paling berpengaruh pada nilai recovery dan yield adalah tekanan karena memiliki nilai paling tinggi yaitu 100%.

**Kata kunci : Ekstraksi, Kurkumin, Superkritis, *Box-Behnken design*.**





6 mL / min. The optimum condition for yield was at pressure of 25 MPa, temperature of 40°C, and CO<sub>2</sub> flow rate of 6 mL/min. The experimental data was in agreement with the predicted data by the analysis of variance. It indicated that the model could be used to predict the extraction condition to obtain high extraction yield. Of the three variables used, the most influential on the value of recovery and yield is the pressure because it has the highest value of 100%.

**Keyword :** *Extraction, Curcumin, Supercritic, Box-Behnken design.*

# KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur kami panjatkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa atas segala rahmat dan karunia-Nya, sehingga kami dapat menyelesaikan Laporan Skripsi kami.

Laporan skripsi ini disusun untuk melengkapi persyaratan penelitian skripsi dalam memperoleh gelar Sarjana Teknik (ST) pada bidang Studi S-1 Teknik Kimia di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Pada kesempatan ini, kami menyampaikan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng selaku Kepala Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran, Teknik Kimia FTI-ITS.
2. Ibu Dr. Siti Machmudah, S.T., M.Eng., dan Bapak Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng, selaku dosen pembimbing yang telah mengarahkan dan mendukung kami sepenuhnya.
3. Bapak dan ibu dosen pengajar serta seluruh karyawan Departemen Teknik Kimia FTI-ITS.
4. Kedua orang tua dan keluarga kami atas doa dan dukungannya.
5. Rekan-rekan dan laboran Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran atas dukungannya.
6. Beberapa pihak lain yang tidak bisa kami paparkan satu persatu yang telah membantu kami.

Kami menyadari bahwa laporan skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, kami menerima saran untuk perbaikan untuk kedepannya. Kami juga berharap penelitian yang kami ajukan dalam laporan skripsi ini bermanfaat bagi berbagai pihak.

Surabaya, Januari 2018

Penyusun

***“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”***

# DAFTAR ISI

## HALAMAN JUDUL

## LEMBAR PENGESAHAN

<b>ABSTRAK (INDONESIA)</b> .....	i
<b><i>ABSTRACT (ENGLISH)</i></b> .....	iii
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	v
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	ix
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xi

## BAB I PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang .....	1
I.2 Rumusan Masalah .....	2
I.3 Tujuan Penelitian .....	2
I.4 Manfaat Penelitian .....	3

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Temulawak .....	4
II.2 Kurkumin.....	5
II.3 Ekstraksi .....	7
II.4 Ekstraksi soxhlet.....	8
II.5 Ekstraksi Fluida Superkritis.....	8
II.6 CO <sub>2</sub> Sebagai Fluida Superkritis .....	10
II.7 Spektrofotomer UV-Vis.....	13
II.8 Metode Respon Permukaan (RSM) .....	14
II.9 <i>Box Behnken Design</i> .....	15
II.10 Penelitian Terdahulu.....	17

## BAB III METODE PENELITIAN

III.1 Alat dan Bahan .....	20
III.2 Desain Penelitian.....	22

III.3 Prosedur Penelitian.....	26
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
IV.1 Pemilihan Model .....	32
IV.2 Model Fitting Kuadratik (Yield) .....	37
IV.2.1 Plot Perturbasi % Yield.....	39
IV.2.2 Optimasi Kondisi Ekstraksi Kurkumin untuk % Yield .....	40
IV.2.3 Pengaruh Tekanan Pada % Yield.....	44
IV.2.4 Pengaruh Suhu Pada % Yield .....	45
IV.2.5 Pengaruh Laju Alir Pada % Yield.....	45
IV.3 Model fitting (Recovery).....	45
IV.3.1 Plot Perturbasi % Recovery .....	47
IV.3.2 Optimasi Kondisi Ekstraksi Kurkumin untuk % Recovery .....	48
IV.3.3 Pengaruh Tekanan Pada % Recovery .....	52
IV.3.4 Pengaruh Suhu Pada % Recovery .....	53
IV.3.5 Pengaruh Laju Alir Pada % Recovery .....	53
IV.4 Pengaruh Kondisi Operasi pada ekstraksi CO <sub>2</sub> Superkritis.....	53
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
V.1 Kesimpulan.....	56
V.2 Saran.....	57
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR NOTASI .....</b>	<b>xv</b>
<b>APPENDIKS.....</b>	<b>xvii</b>
<b>BIODATA PENULIS .....</b>	<b>xxi</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar II.1</b> Struktur kimia kurkumin dan turunannya .....	6
<b>Gambar II.2</b> Gambar diagram fase fluida superkritis .....	9
<b>Gambar II.3</b> Viskositas CO <sub>2</sub> pada berbagai kondisi suhu dan tekanan.....	12
<b>Gambar II.4</b> Difusivitas Vs Temperatur pada beberapa tekanan.....	13
<b>Gambar II.5</b> Desain <i>Box-Behnken</i> untuk optimalisasi tiga variabel. ....	15
<b>Gambar III.1</b> Skema Peralatan Ekstraksi Secara <i>Semi-Batch</i> dengan Diagram Fasanya .....	28
<b>Gambar III.2</b> Rangkaian ekstraktor soxhlet .....	29
<b>Gambar IV.1</b> Eksperimen yield ekstraksi vs prediksi yield ekstraksi. ....	39
<b>Gambar IV.2</b> Plot pertubasi untuk respon laju Yield (%) pada (a) Suhu, (b) Tekanan dan (c) Laju Alir .....	40
<b>Gambar IV.3</b> Respon permukaan (3D) untuk Yield (%) menunjukkan pengaruh (a)Suhu, (b) Tekanan dan (c) Laju Alir. ....	41
<b>Gambar IV.4</b> Plot kontur untuk Yield (%) menunjukkan pengaruh (a) Suhu, (b)Tekanan dan (c) Laju Alir.....	43
<b>Gambar IV.5</b> Grafik optimasi yield ekstraksi kurkumin dan <i>desirability</i> . ....	44
<b>Gambar IV.6</b> Eksperimen recovery ekstraksi vs prediksi recovery ekstraksi. ....	47
<b>Gambar IV.7</b> Plot pertubasi untuk respon laju Recovery (%) pada (a) Suhu, (b)Tekanan dan (c)Laju Alir.....	48

<b>Gambar IV.8</b> Respon permukaan (3D) untuk Recovery (%) menunjukkan pengaruh (a)Suhu, (b)Tekanan dan (c) Laju Alir. ....	49
<b>Gambar IV.9</b> Plot kontur untuk Recovery (%) menunjukkan pengaruh (a) Suhu, (b)Tekanan dan (c) Laju Alir. ....	51
<b>Gambar IV.10</b> Grafik optimasi recovery ekstraksi kurkumin dan <i>desirability</i> .....	52
<b>Gambar IV.11</b> Diagram Pareto pengaruh kondisi operasi ekstraksi terhadap hasil Yield dan Recovery ....	55



## DAFTAR TABEL

<b>Tabel II.1</b>	Komposisi temulawak .....	5
<b>Tabel II.2</b>	Properti Fisika dari Gas Liquid, dan Fluida Superkritis .....	9
<b>Tabel II.3</b>	Kondisi titik kritis dari beberapa Pelarut .....	10
<b>Tabel III.1</b>	Level dan variabel bebas percobaan ekstraksi dengan CO <sub>2</sub> superkritis .....	23
<b>Tabel III.2</b>	Rancangan Percobaan Ekstraksi menggunakan RSM <i>Box Behnken Design</i> .....	24
<b>Tabel IV.1</b>	Tabel percobaan dan hasil multirespon .....	33
<b>Tabel IV.2</b>	<i>Fit Summary</i> untuk Recovery .....	33
<b>Tabel IV.3</b>	<i>Fit Summary</i> untuk Yield .....	34
<b>Tabel IV.4</b>	ANOVA untuk model linier (Yield) .....	34
<b>Tabel IV.5</b>	ANOVA untuk model linier (Recovery) .....	34
<b>Tabel IV.6</b>	<i>Fit statistic</i> untuk model linier (Yield) .....	35
<b>Tabel IV.7</b>	<i>Fit statistic</i> untuk model linier (Recovery) .....	35
<b>Tabel IV.8</b>	ANOVA untuk model kuadratik (Yield) .....	36
<b>Tabel IV.9</b>	ANOVA untuk model kuadratik (Recovery) .....	36
<b>Tabel IV.10</b>	<i>Fit statistic</i> untuk model kuadratik (Yield) .....	37
<b>Tabel IV.11</b>	<i>Fit statistic</i> untuk model kuadratik (Recovery) .....	37
<b>Tabel IV.12</b>	Respon permukaan <i>Box Behnken Design</i> dan hasil Yield kurkumin .....	38
<b>Tabel IV.13</b>	Respon permukaan <i>Box Behnken Design</i> dan hasil Recovery kurkumin .....	46
<b>Tabel IV.14</b>	Pengaruh Variabel Pada Perolehan Yield dan Recovery Sesuai Data Aktual .....	54

***“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”***

# BAB I

## PENDAHULUAN

### I.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan salah satu negara agraris yang sebagian besar penduduknya bertumpu pada bidang pertanian. Bumi Indonesia yang subur mampu memproduksi beraneka ragam tanaman yang bermanfaat seperti tanaman pangan, obat-obatan dan tanaman industri. Salah satu komoditas bahan alam andalan Indonesia dan juga sebagai apotik hidup adalah temulawak (*Curcuma Xanthorrhiza Roxb*). Temulawak merupakan bahan yang sangat berpotensi untuk dikembangkan karena banyaknya manfaat yang ditunjukkan. Temulawak mengandung senyawa aktif kurkuminoid yang sangat bermanfaat bagi tubuh.

Tanaman temulawak (*Curcuma xanthorrhiza Roxb*), disebut juga sebagai *Curcuma javanica* (Devaraj et al., 2010), merupakan tanaman asli Indonesia. Tumbuhan ini dijadikan sebagai biofarmaka andalan komoditas Indonesia, karena termasuk dalam kelompok tanaman obat yang berpotensi untuk dikembangkan. Berdasarkan data laporan Statistik Pertanian Holtikultura (SPH) tahun 2014, total produksi temulawak mencapai 25.128.189 kg, dengan kontribusi sebesar 4,22% dari total produksi tanaman biofarmaka di Indonesia.

Temulawak berkhasiat sebagai anti-inflamasi, anti-tumor, mengobati penyakit hipokolesterolemia, mengobati gangguan fungsi hati, memperbaiki fungsi saluran cerna, bersifat anti-bakteri dan anti-jamur, dan sebagai anti jerawat. Khasiat yang dimiliki oleh temulawak ini tidak lepas dari komponen yang terkandung di dalam rimpang temulawak. Kurkuminoid dan xanthorrhizol sebagai komponen yang memberikan efek farmakologis dari rimpang temulawak (Oon et al., 2015).

Melihat besarnya potensi kurkumin pada industri makanan, maka perlu peningkatan penyediaan kurkumin dalam jumlah yang tinggi. Upaya ekstraksi kurkumin temulawak dalam industri maupun rumah tangga hanya menggunakan air. Namun

metode tersebut kurang efektif untuk pengambilan senyawa yang bersifat termolabil. Alternatif proses ekstraksi kurkumin yang ditawarkan menggunakan teknologi fluida superkritis sebagai pelarut. Teknologi ini cocok untuk pengambilan senyawa yang bersifat termolabil karena memiliki temperatur ekstraksi yang lebih rendah dibandingkan proses pemanasan konvensional.

Ekstraksi menggunakan fluida superkritis memiliki beberapa keuntungan sebagai berikut. Fluida superkritis memiliki viskositas relatif rendah dan difusivitas tinggi, sehingga dapat menembus ke dalam bahan padat berpori lebih efektif daripada pelarut cair sehingga dapat menghasilkan perpindahan massa yang jauh lebih cepat dan menghasilkan ekstraksi lebih banyak. Pada ekstraksi menggunakan fluida superkritis, daya larut fluida dapat dimanipulasi dengan mengubah tekanan (P) dan/atau suhu (T), sehingga bisa mencapai selektivitas yang sangat tinggi. Kekuatan larut dari fluida superkritis ini sangat berguna untuk ekstraksi senyawa kompleks seperti bahan tanaman.

## **I.2 Rumusan Masalah**

Selama ini proses ekstraksi temulawak menggunakan *organic solvent* seperti pelarut kloroform, n-heksan, dan metanol yang dapat membahayakan bagi tubuh manusia, dan berbahaya bagi lingkungan karena pelarut tersebut tidak dapat di-*recovery* dan dapat mencemari lingkungan. Pada penelitian ini memberikan alternatif proses ekstraksi temulawak dengan menggunakan CO<sub>2</sub> superkritis yang ramah lingkungan dan tidak meninggalkan sisa pelarut dalam ekstrak. Untuk meningkatkan hasil ekstraksi, etanol digunakan sebagai entrainer. Untuk mendapatkan hasil ekstrak yang optimal baik dari rendemen maupun aktivitas senyawa maka perlu dilakukan penelitian untuk membandingkan berbagai metode ekstraksi dan menguji aktivitas senyawa secara klinis.

### **I.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah untuk:

1. Mengetahui pengaruh kondisi operasi ekstraksi yang paling mempengaruhi hasil yield dan *recovery* senyawa fitokimia.
2. Mengetahui pengaruh kondisi operasi ekstraksi berdasarkan hasil yield dan *recovery* senyawa fitokimia pada kondisi optimum.
3. Menemukan kondisi operasi optimum ekstraksi CO<sub>2</sub> superkritis menggunakan metode *response surface methodology* dengan multi respon.

### **I.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah:

1. Memberikan informasi mengenai pengaruh kondisi operasi ekstraksi terhadap kandungan senyawa fitokimia pada temulawak.
2. Hasil ekstrak dapat digunakan sebagai bahan utama pembuatan obat.
3. Sebagai bahan referensi dan informasi bagi penulis selanjutnya yang tertarik untuk mengkaji dan meneliti tentang ekstraksi dengan fluida CO<sub>2</sub> superkritis dengan penambahan etanol sebagai entrainer.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### II.1 Temulawak

Temulawak (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb.) adalah tanaman obat yang tergolong dalam suku temu-temuan (Zingiberaceae). Temulawak berasal dari Indonesia khususnya Pulau Jawa, kemudian menyebar ke beberapa tempat di kawasan wilayah biogeografi Malesia. Saat ini, sebagian besar budidaya temulawak berada di Indonesia, Malaysia, Thailand, dan Filipina. Tanaman ini selain di Asia Tenggara, dapat juga ditemui di China, Indochina, Barbados, India, Jepang, Korea, Amerika Serikat, dan beberapa negara Eropa.

Nama tumbuhan ini dari Jawa yaitu temulawak, di Sunda disebut koneng gede, sedangkan di Madura disebut temu labak. Tanaman ini dapat tumbuh dengan baik pada dataran rendah sampai ketinggian 1500 meter di atas permukaan laut dan berhabitat di hutan tropis. Rimpang temu lawak dapat tumbuh dan berkembang dengan baik pada tanah yang gembur.

Klasifikasi ilmiah tanaman temulawak adalah sebagai berikut:

Kingdom	: Plantae
Divisi	: Magnoliophyta
Subdivisi	: Angiospermae
Kelas	: Monocotyledonae
Ordo	: Zingiberales
Famili	: Zingiberaceae
Genus	: Curcuma
Spesies	: Curcuma xanthorrhiza Roxb.

Temulawak (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb) adalah salah satu tumbuhan obat keluarga *Zingiberaceae* yang banyak tumbuh dan digunakan sebagai bahan baku obat tradisional di Indonesia. Tumbuhan temulawak secara empiris banyak digunakan sebagai obat tunggal maupun campuran. Terdapat lebih dari 50 resep obat tradisional menggunakan temulawak. Eksistensi temulawak

sebagai tumbuhan obat telah lama diakui, terutama dikalangan masyarakat Jawa. Rimpang temulawak merupakan bahan pembuatan obat tradisional yang paling utama. Khasiat temulawak sebagai upaya pemelihara kesehatan, disamping sebagai upaya peningkatan kesehatan atau pengobatan penyakit

Kandungan senyawa temulawak berdasarkan hasil analisa dimana bahan baku yang digunakan adalah rimpang temulawak berumur sembilan bulan yang telah diiris dan dikeringkan. Temulawak tersebut diperoleh dari petani temulawak di Kabupaten Purworejo, Jawa Tengah. Komposisi temulawak dapat dilihat pada tabel II.1.

**Tabel II.1** Komposisi temulawak

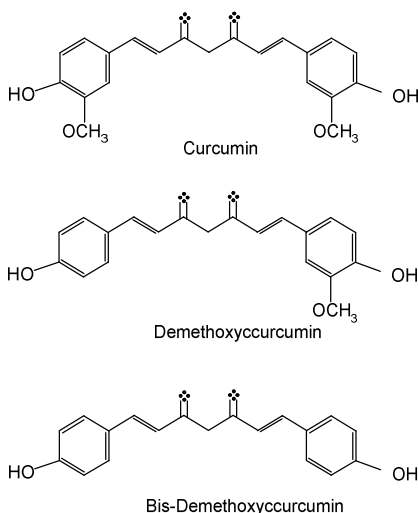
Komponen	Temulawak Kering (%)
Air	9,80
Abu	3,29
Lemak	2,84
Protein	3,30
Pati	48,59
Kurkumin	2,02

(Rosidi et al., 2016)

Secara tradisional, tanaman ini biasa digunakan sebagai ramuan dalam suplemen kesehatan atau jamu untuk menyembuhkan masalah kesehatan tertentu seperti hepatitis, diabetes, rematik, antikanker, hipertensi, dan gangguan jantung. Temulawak juga memiliki khasiat sebagai antidiuretik, anti-inflamasi, antioksidan, antihipertensi, antihepatotoksik, antibakteri, dan antijamur.

## II.2 Kurkumin

Kurkumin (Bahasa Inggris: *diferuloylmethane*) adalah senyawa aktif yang ditemukan pada temulawak, berupa polifenol dengan rumus kimia  $C_{12}H_{20}O_6$ . Senyawa turunan kurkumin disebut kurkuminoid, yang hanya terdapat dua macam yaitu *demethoxycurcumin* dan *bis-demethoxycurcumin* yang ditampilkan pada **Gambar II.1**.



**Gambar II.1** Struktur kimia kurkumin dan turunannya

Kurkumin dikenal karena sifat antitumor dan antioksidan yang dimilikinya selain banyak kegunaan medis seperti:

- Melindungi saraf, mengurangi resiko radang otak vasospasme dan mengembalikan homeostatis energi pada sistem otak yang terganggu akibat terluka atau trauma.
- Menghambat dan mengurangi penumpukan plak amyloid-beta pada penderita Alzheimer.
- Melindungi hati, antara lain dari hemangioendotelioma, hepatokarsinoma, Hepatitis B.
- Melindungi pankreas dari akibat rasio sitokimia yang berlebihan, bahkan setelah transplantasi, serta menurunkan resistensi terhadap insulin dan leptin.

Kurkumin pertama kali diisolasi pada tahun 1815. Kemudian pada tahun 1910, kurkumin didapatkan berbentuk kristal dan bisa dilarutkan. Kurkumin tidak dapat larut dalam air, tetapi larut dalam etanol dan acetone (Chattopadhyay et al., 2004). Sifat kimia kurkumin yang menarik adalah sifat perubahan warna



akibat perubahan pH lingkungan. Kurkumin berwarna kuning atau kuning jingga pada suasana asam, sedangkan dalam suasana basa berwarna merah. Kurkumin dalam suasana basa atau pada lingkungan PH 8,5-10,0 dalam waktu yang relatif lama dapat mengalami proses disosiasi, kurkumin mengalami degradasi membentuk asam ferulat dan feruloilmetan. Warna kuning coklat feruloilmetan akan mempengaruhi warna merah dari kurkumin yang seharusnya terjadi. Sifat kurkumin lain yang penting adalah kestabilannya terhadap cahaya. Adanya cahaya bisa menyebabkan degradasi fotokimia senyawa tersebut. Hal ini karena adanya gugus metilen aktif ( $-\text{CH}_2-$ ) diantara dua gugus keton pada senyawa tersebut. Kurkumin mempunyai aroma yang khas dan tidak bersifat toksik bila dikonsumsi oleh manusia.

Sifat-sifat kurkumin sebagai berikut:

- Sifat fisika
  - Berat molekul : 368,37
  - Warna : *light yellow*
  - *Melting point* : 183°C
  - Larut dalam alkohol dalam asam asetat glasial
  - Tidak larut dalam air
- Sifat kimia
  - Kurkumin tidak larut dalam air, eter tetapi larut dalam etil asetat, methanol, etanol, benzene, asam asetat glasial, aseton, dan alkali hidroksida.
  - Kurkumin merupakan senyawa yang peka terhadap lingkungan

### II.3 Ekstraksi

Ekstraksi merupakan proses pemisahan dua zat atau lebih dengan menggunakan pelarut yang tidak saling campur. Berdasarkan fase yang terlibat terdapat dua jenis ekstraksi, yaitu ekstraksi cair-cair dan ekstraksi padat-cair. Pemindahan komponen dari padatan ke pelarut pada ekstraksi padat-cair melalui tiga tahapan, yaitu difusi pelarut ke pori-pori padatan atau ke dinding sel, di dalam dinding sel terjadi pelarutan padatan oleh pelarut, dan

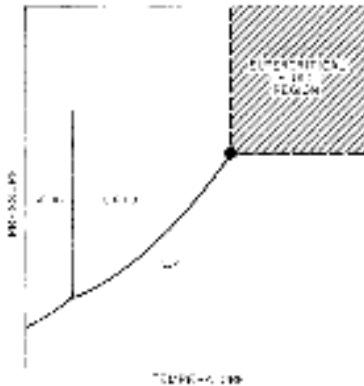
tahap terakhir adalah pemindahan larutan dari pori-pori menjadi larutan ekstrak. Ekstraksi padat-cair dipengaruhi oleh waktu ekstraksi, suhu yang digunakan, pengadukan dan banyaknya pelarut yang digunakan. Tingkat ekstraksi bahan ditentukan oleh ukuran partikel bahan tersebut. Bahan yang diekstrak sebaiknya berukuran seragam untuk mempermudah kontak antara bahan sehingga ekstraksi berlangsung dengan baik (Ibras & Barbosa-Canovas, 2003).

#### **II.4 Ekstraksi soxhlet**

Ekstraksi soxhlet merupakan teknik standar yang telah lama digunakan. Kelemahan teknik ini adalah waktu ekstraksi yang lama dan konsumsi pelarut yang digunakan besar. Metode ekstraksi ini juga tidak cocok untuk ekstraksi senyawa yang peka terhadap panas. Senyawa yang diinginkan kemungkinan mengalami dekomposisi selama proses ekstraksi. Hal ini dikarenakan titik didih pelarut yang digunakan tinggi dan proses berlangsung dalam waktu yang lama. Meskipun demikian metode ini masih banyak digunakan karena operasinya yang sederhana dibandingkan ekstraksi superkritis (Grigonis et al., 2005).

#### **II.5 Ekstraksi Fluida Superkritis**

Ekstraksi fluida superkritis adalah suatu proses ekstraksi menggunakan fluida superkritis sebagai pelarut. Teknologi ekstraksi ini mengeksplorasi kekuatan pelarut dan properti fisik tambahan dari komponen murni atau campuran pada temperatur dan tekanan kritisnya dalam kesetimbangan fasa (Palmer, 1995). Properti psiko-kimia dari fluida pada keadaan superkritis berada diantara tipe gas dan cair, seperti ditunjukkan pada **Gambar II.2**. Titik kritis terletak pada akhir kurva penguapan, dimana fasa cair dan gas bergabung untuk membentuk fasa fluida homogen tunggal. Daerah superkritis terletak pada bagian luar titik ini.



**Gambar II.2** Gambar diagram fase fluida superkritis  
(Mchugh & Krukoni, 1994)

Fluida superkritis dikarakterisasikan dengan densitas tinggi, viskositas rendah, dan difusivitas menengah antara gas dan cairan (Rizvi *et al.*, 1986). Properti yang tidak biasa ini, justru menjadikan fluida superkritis sebagai pelarut yang ideal dan potensial (dapat dilihat pada **Tabel II.2**). Kelarutan kornponen dalam fluida superkritis tergantung pada densitas dari pelarut, juga afinitas psiko-kimia dari zat terlarut terhadap pelarut.

**Tabel II.2** Properti fisik dari gas, cairan, dan fluida superkritis

Properti	Gas	Fluida Superkritis	Cairan
Densitas (g/ml)	0,001	0,1 – 1	1
Viskositas (cP)	0,01	0,1 – 0,01	1
Difusivitas (D cm <sup>2</sup> /s)	0,1	0,001 – 0,0001	<0,00001

(Harimurti, 2008)

Dari **Tabel II.2**, terlihat bahwa gas memiliki difusivitas paling besar, sehingga laju transfer massanya juga terbesar. Dengan densitas terkecil, kekuatan gas sebagai pelarut kurang. Fluida superkritis memiliki densitas dan kekuatan pelarut yang hampir sebanding dengan cairan. Viskositas yang lebih rendah dari cairan, menyebabkan fluida superkritis memiliki kemampuan untuk penetrasi matriks inert dan solute ekstrak yang lebih baik.

Keunggulan utama fluida superkritis dibandingkan dengan cairan adalah difusivitas yang lebih besar. Meskipun tidak sebesar gas, difusivitas fluida superkritis yang 1000 kali > dari difusivitas cairan, menghasilkan laju transfer massa yang lebih besar.

## II.6 CO<sub>2</sub> sebagai Fluida Superkritis

Banyak liquid dikembangkan sebagai pelarut pada keadaan superkritis dengan pemanasan dan menaikkan tekanan. **Tabel II.3** merupakan beberapa pelarut yang bisa digunakan sebagai pelarut superkritis, beserta kondisi superkritisnya (T<sub>c</sub> dan P<sub>c</sub>).

**Tabel II.3** Kondisi titik kritis beberapa pelarut.

Pelarut	Titik Kritis (°C)	Tekanan Kritis (bar)
Karbondioksida	31.1	73.8
Etana	32.2	48.8
Etilena	9.3	50.4
Propana	96.7	42.5
Propilena	91.9	46.2
Cycloheksana	280.3	40.7
Isopropanol	235.2	47.6
Benzene	289	48.9
Toluene	318.6	41.1
p-Xylene	343.1	35.2
Chlorotrifluoromethane	28.9	39.2
Trichlorofluoromethane	198.1	44.1
Ammonia	132.5	112.8
Air	374.2	220.5

(Mchugh & Krukonsis, 1994)

Dari **Tabel II.3** dapat diketahui bahwa CO<sub>2</sub> adalah pelarut yang menguntungkan dibanding pelarut yang lainnya. Hal ini dikarenakan CO<sub>2</sub> memiliki temperatur kritis yang rendah, yaitu 31.1°C memungkinkan proses eksperimen mendekati temperatur lingkungan. Kondisi tersebut relatif mudah dicapai, sehingga tidak

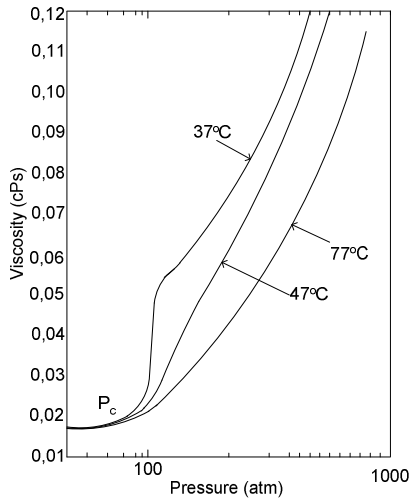
terlalu banyak energi dibutuhkan. Selain itu, tidak ada residu pelarut dalam ekstrak, karena CO<sub>2</sub> mudah dipisahkan dari solute yang terekstrak. CO<sub>2</sub> juga bersifat non-toxic dan tidak mudah terbakar, serta tidak berbau. Akan tetapi meskipun CO<sub>2</sub> memiliki keunggulan tersebut, namun CO<sub>2</sub> memiliki kemampuan terbatas untuk melarutkan zat polar. Karakteristik CO<sub>2</sub> superkritis dapat dinaikkan dengan penambahan komponen kedua atau co-solvent yang merupakan zat polar dan larut dalam CO<sub>2</sub> superkritis.

Beberapa kelebihan yang dimiliki CO<sub>2</sub> antara lain sebagai berikut :

- Ideal solvent untuk ekstraksi material yang memiliki suhu labil.
- Secara komersial tersedia dengan kemurnian tinggi.
- Tidak mengandung residu yang berbahaya, tidak berbau, tidak berasa, inert, dan tidak beracun.
- Pemisahan CO<sub>2</sub> dari ekstrak dapat dilakukan dengan mudah dan sempurna.
- Temperatur proses yang rendah.
- Selektifitas tinggi.
- Relatif murah, tidak mengubah sifat solute, tidak mudah terbakar, tidak korosif, tidak berwarna, dan tidak berbau.

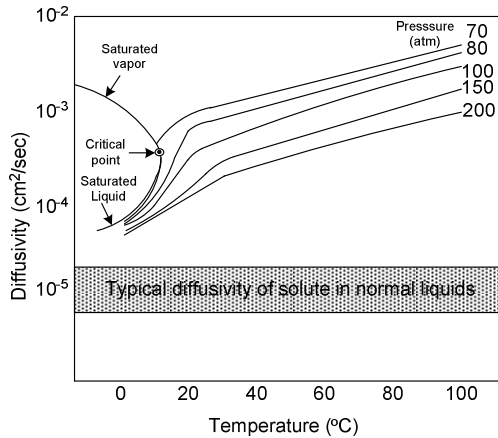
(Grandinson, 1996)

Pengaturan tekanan dan suhu selama proses ekstraksi menggunakan CO<sub>2</sub> superkritis dapat mengubah sifat-sifat fluida CO<sub>2</sub> superkritis, seperti viskositas dan densitas fluida. Semakin tinggi tekanan CO<sub>2</sub>, viskositasnya cenderung semakin meningkat. Sedangkan makin tinggi suhu, viskositasnya cenderung menurun. Pada **Gambar II.3** merupakan grafik hubungan viskositas CO<sub>2</sub> terhadap berbagai kondisi suhu dan tekanan.



**Gambar II.3** Viskositas CO<sub>2</sub> pada berbagai kondisi suhu dan tekanan

Selain perubahan viskositas, pengaturan tekanan dan suhu juga dapat mengubah difusivitas CO<sub>2</sub>. Pada **Gambar II.4** merupakan grafik hubungan difusivitas, tekanan dan temperatur CO<sub>2</sub>. Dari gambar tersebut dapat diketahui bahwa koefisien difusivitas CO<sub>2</sub> lebih besar daripada koefisien difusivitas pelarut organik pada kondisi liquid, yaitu sebesar  $10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$



**Gambar II.4** Difusivitas Vs Suhu pada beberapa tekanan  
(Mchugh & Krukonis, 1994).

## II.7 Spektrofotomer UV-Vis

Spektrofotometri sinar tampak (UV-Vis) adalah pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu. Sinar ultraviolet (UV) mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm, dan sinar tampak (visible) mempunyai panjang gelombang 400-750 nm. Pengukuran spektrofotometri menggunakan spektrofotometer yang melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometer UV-Vis lebih banyak digunakan untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif. Konsentrasi analit di dalam larutan bisa ditentukan dengan mengukur absorbansi pada panjang gelombang tertentu dengan menggunakan hukum Lambert-Beer (Burgess, 1993).

Hukum Lambert-Beer menyatakan bahwa linieritas antara absorbansi dengan konsentrasi larutan analit dan berbanding terbalik dengan transmitansi, atau dapat dinyatakan bahwa besarnya serapan ( $A$ ) proporsional dengan besarnya konsentrasi ( $c$ ) dari zat uji.

Secara matematis, hukum Lambert-Beer dinyatakan dengan persamaan:

$$A = ebc \quad (2.1)$$

dengan:

e = absorptivitas molar ( $M^{-1}cm^{-1}$ )

b = lebar celah kuvet (cm)

c = konsentrasi sampel (M)

Dari Persamaan 2.1 dapat diketahui bahwa serapan (A) tidak memiliki satuan dan biasanya dinyatakan dengan unit absorbansi. Adsorpsivitas pada Persamaan 2.1 adalah karakteristik suatu zat yang menunjukkan berapa banyak cahaya yang diserap oleh molekul zat tersebut pada panjang gelombang tertentu. Semakin besar nilai Adsorpsivitas molar suatu zat, maka semakin banyak cahaya yang diabsorpsi olehnya, atau dengan kata lain nilai serapan (A) akan semakin besar.

Dalam hukum Lambert-Beer tersebut, ada beberapa batasan, yaitu:

- Sinar yang digunakan dianggap sebagai sinar monokromatis
- Penyerapan terjadi dalam volume yang mempunyai penampang yang sama
- Senyawa yang menyerap dalam larutan tersebut tidak tergantung terhadap yang lain dalam larutan tersebut
- Tidak terjadi fluoresensi atau fosforisensi
- Indeks bias tidak tergantung pada konsentrasi larutan

## **II.8. Metode Respon Permukaan (RSM)**

RSM adalah teknik statistik dan matematis yang digunakan untuk pemodelan dan analisis variabel respon / output yang dipengaruhi oleh beberapa parameter masukan. Tujuan RSM adalah untuk secara simultan mengoptimalkan tingkat parameter masukan terpilih yang dipilih untuk mendapatkan hasil ekstraksi kumulatif maksimum. (Rai et al., 2016). Metodologi permukaan respon (RSM) adalah kumpulan teknik statistik dan matematis yang telah berhasil digunakan untuk mengetahui pengaruh beberapa variabel dan mengoptimalkan proses.



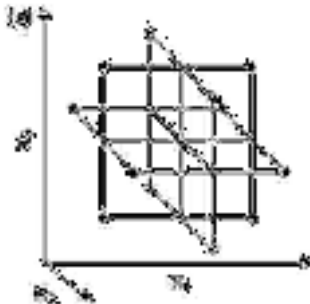
Keuntungan utama RSM adalah mengurangi jumlah percobaan eksperimental yang diperlukan untuk mengevaluasi berbagai variabel dan interaksinya (Zhong et al., 2012).

Berikut ada beberapa kriteria dalam pemilihan rancangan percobaan yang sesuai untuk metode permukaan respon:

- Memberikan gambaran distribusi dan informasi yang jelas berdasarkan data pada seluruh daerah yang difokuskan
- Memungkinkan untuk mencari model yang memenuhi kelayakan model
- Memberikan pendugaan error dalam rancangan
- Memberikan pendugaan koefisien model yang tepat
- Memberikan pendugaan varians yang baik
- Tidak membutuhkan unit percobaan yang besar
- Tidak membutuhkan terlalu banyak level dalam variabel independen

## II.9 Box Behnken Design

Box and Behnken (1960), menyarankan bagaimana memilih titik dari pengaturan faktorial tiga tingkat yang memungkinkan estimasi efisien koefisien orde pertama dan orde kedua dari model matematis. Desain ini lebih efisien dan ekonomis sesuai dengan desain 3k, terutama untuk sejumlah besar variabel.



**Gambar II.5** Desain *Box-Behnken* untuk optimalisasi tiga variabel.

Dalam desain Box-Behnken, titik-titik eksperimen terletak pada titik horizontal yang jauh dari titik pusat, seperti yang dicontohkan untuk desain tiga faktor terdapat pada **Gambar II.5**. Karakteristik utamanya adalah:

1. Membutuhkan nomor percobaan menurut  $N = 2k(k-1) + cp$ , dimana  $k$  adalah jumlah faktor dan  $(cp)$  adalah jumlah titik pusat.
2. Semua tingkat faktor harus disesuaikan hanya pada tiga tingkat  $(-1, 0, +1)$  dengan jarak interval yang sama di antara tingkat ini. (Bezerra et al., 2008)

Box dan Behnken (1960) memperkenalkan rancangan tiga-tahap untuk menyusun respon surface. Rancangan ini dibentuk dengan mengombinasikan factorial  $2k$  dengan rancangan kelompok tidak lengkap (*incomplete blocking*). Hasil rancangan umumnya sangat efisien dalam kaitannya dengan menentukan banyaknya percobaan yang harus dilakukan serta rancangan ini memenuhi rotatabilitas atau paling tidak hampir rotatabilitas.

Pada *Box Behnken Design* terdapat titik pusat (*center point*) yang digunakan sebagai parameter yang diulang atau dapat disebut sebagai Replikasi. Replikasi adalah pengulangan kembali perlakuan yang sama dalam suatu percobaan dengan kondisi yang sama untuk memperoleh ketelitian yang lebih tinggi. Replikasi perlu dilakukan karena dapat memberikan taksiran kesalahan yang lebih akurat untuk kesalahan eksperimen dan efek rata-rata yang diperoleh untuk suatu faktor. Jika replikasi bertujuan memungkinkan dilakukan uji signifikan, maka randomisasi bertujuan menjadikan uji tersebut valid dengan menghilangkan sifat bias. Tujuan dilakukan replikasi :

- a. Menambah ketelitian data eksperimen.
- b. Mengurangi tingkat kesalahan pada eksperimen.
- c. Memperoleh harga taksiran kesalahan eksperimen sehingga memungkinkan diadakannya uji signifikan hasil eksperimen.

## II.10. Penelitian Terdahulu

Heri *et al* (2015) melakukan Optimisasi minyak nilam dari kulit buah naga dengan MAE (*microwave-assisted extraction*) menggunakan metode Box-Behnken response surface experimental design (BBD). Faktor-faktor yang diatur yaitu daya gelombang mikro (400-800 W), bahan tanaman hingga rasio pelarut (0,1 - 0,2) dan waktu ekstraksi (20 – 60 menit) pada minyak nilam dan untuk memprediksi kondisi operasional yang optimal. Tiga faktor tiga tingkat Box-Behnken response surface (BBD) diterapkan untuk menyelidiki pengaruh individual dan interaktif dari variabel proses terhadap rendemen minyak atsiri (%). Hasil percobaan menunjukkan bahwa istilah linier dari dua variabel independen (daya gelombang mikro dan bahan tanaman terhadap rasio pelarut) berpengaruh signifikan terhadap nilai respon. Berdasarkan analisis varians dan kesepakatan hasil eksperimen dan prediksi, dapat disimpulkan bahwa model yang dihasilkan sesuai untuk simulasi ekstraksi microwave dibantu minyak nilam dengan kombinasi variabel yang diuji. Kondisi optimalnya adalah sebagai berikut: daya gelombang mikro 634.024 W, material tanaman terhadap perbandingan pelarut 0.147648 g mL<sup>-1</sup> dan waktu ekstraksi 51.6174 menit. Pada kondisi optimal ini, hasil prediksi minyak nilam adalah 2,80516%.

Salea, R., Widjojokusumo, E., Veriansyah, B. et al. (2014) melakukan optimisasi minyak dan ekstrak xantorizol dari rimpang temulawak atau *Curcuma xanthorrhiza* Roxb. Dengan CO<sub>2</sub> superkritik menggunakan metode Taguchi. Faktor-faktor yang diatur yaitu tekanan (10-25 MPa), suhu (35-60°C), laju alir CO<sub>2</sub> (10-25 g/min), dan waktu (60-240 menit). Hasil yield minyak tertinggi (8,0%) dicapai pada kondisi operasi 15 MPa, 50 °C, laju alir CO<sub>2</sub> 20g/min dengan waktu 180 menit, sedangkan kandungan xantorizol tertinggi (128,3 mg/g minyak) dalam minyak temulawak dicapai pada kondisi operasi 25 MPa, 50 °C, laju alir CO<sub>2</sub> 15g/min dengan waktu 60 menit. Ekstraksi soklet dengan n-heksana dan perembesan dengan etanol

menghasilkan yield minyak 5,88%, 11,73%, dan kandungan xanthorrhizol 42,6 dan 75,5 mg/g minyak. Hasil eksperimen minyak atsiri dan xanthorrhizol pada kondisi optimum sesuai dengan hasil yang diprediksi oleh proses komputasi. Kandungan xanthorrhizol yang diekstrak menggunakan karbon dioksida superkritis lebih tinggi dari yang diekstrak menggunakan ekstraksi Soxhlet dan proses perkolasi.

Wang et al., 2014 melakukan Optimalisasi ekstraksi fluida superkritis asam geniposidic dari biji pisang menggunakan metodologi respon permukaan. Parameter proses superkritis CO<sub>2</sub> (SCCO<sub>2</sub>) plus modifier untuk ekstraksi asam genosfida dari benih pisang raja dipelajari dengan menggunakan rancangan *Box Behnken Design*. Pengaruh variabel bebas, yaitu konsentrasi etanol (0-70%, etanol: air, v / v), tekanan ekstraksi (10-30 MPa), dan suhu (50-80 ° C) terhadap hasil asam geniposidat dievaluasi Hasil menunjukkan bahwa data tersebut dapat dipasang dengan baik pada model polinomial orde kedua. Pengaruh konsentrasi etanol dan suhu, serta interaksi antara konsentrasi etanol dan suhu adalah signifikan ( $p < 0,05$ ). Hasil (8,9 mg / g) ekstraksi SCCO<sub>2</sub> yang dimodifikasi pada kondisi optimal dibandingkan dengan yang diperoleh ekstraksi Soxhlet atau ultrasound assisted extraction.

Rosidi et al., 2016 melakukan analisa potensi temulawak sebagai antioksidan. Metode ekstraksi menggunakan ekstraksi cair-cair yang dikembangkan PT Javaplant. Ekstrak temulawak dianalisis kandungan proksimat. Pengujian antioksidan dilakukan dengan metode DPPH dan Analisis Kadar kurkuminoid Temulawak Menggunakan HPLC. Data yang diperoleh diolah dan dianalisis dengan menggunakan program SPSS. Data disajikan dalam bentuk diskriptif. Pada ekstrak temulawak ditemukan kadar kurkumin sebesar 27,19% dengan rendemen sebesar 1,02%. Aktivitas antioksidan ekstrak temulawak dengan IC<sub>50</sub> sebesar 87,01 ppm. Ekstrak temulawak memiliki aktivitas antioksidan tergolong aktif sehingga berpotensi sebagai antioksidan alami yang baik.

***“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”***

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

Ekstraksi temulawak akan dilakukan menggunakan karbondioksida superkritis dan etanol sebagai entrainer. Ekstraksi juga dilakukan menggunakan peralatan soxhlet. Ekstraksi superkritis menggunakan pelarut CO<sub>2</sub> secara *semi-batch* dengan berbagai kondisi operasi. Parameter kondisi operasi ini meliputi suhu, tekanan, dan laju alir CO<sub>2</sub>. Suhu operasi yang digunakan adalah 40, 60, dan 80°C. Sedangkan tekanan operasi adalah 10, 15, dan 20 MPa. Laju alir CO<sub>2</sub> yang digunakan adalah 4, 6 dan 8 mL/menit dan entrainer yang digunakan sebanyak 2,5 mL. Penentuan kondisi operasi yang akan digunakan ditentukan menggunakan aplikasi *Design Expert v11* dengan metode *Response Surface Methodology Box-Behnken Design*. Ekstrak temulawak dianalisa menggunakan *Spektrofotometer UV-Vis* untuk mengetahui kandungan kurkumin dalam ekstrak, dan selanjutnya data dianalisa kembali untuk mendapatkan kondisi ekstraksi optimum menggunakan aplikasi *Design Expert v11*.

#### **III.1 Alat dan Bahan**

##### **III.1.1 Bahan Ekstraksi**

Bahan yang digunakan antara lain:

1. Temulawak potong
2. Karbondioksida (CO<sub>2</sub>) *liquid* dengan kemurnian 99,7 %
3. Etanol 97% untuk percobaan, dan etanol 99% untuk analisa
4. Standar kurkumin untuk analisa Spektrofotometer UV-Vis

##### **III.1.2 Alat yang digunakan**

###### **III.1.2.1 Alat ekstraksi**

Alat yang digunakan untuk proses ekstraksi meliputi alat ekstraksi soxhlet dan alat ekstraksi CO<sub>2</sub> superkritis.

- **Alat ekstraksi soxhlet**

Alat ekstraksi soxhlet terdiri atas komponen berikut ini:

- a. Perangkat soxhlet
- b. *Extraction thimble*
- c. Labu distilasi
- d. *Heat exchanger*
- e. *Heater*
- f. Termometer

- **Alat ekstraksi CO<sub>2</sub> superkritis**

- a. *Chiller*

*Chiller* yang digunakan adalah Yamato Neocool Circulator CF 600. *Chiller* ini berfungsi sebagai pendingin bagi karbon dioksida (CO<sub>2</sub>) sebelum masuk pompa. Hal ini dimaksudkan agar karbon dioksida (CO<sub>2</sub>) tetap dalam kondisi cair sebelum masuk ke dalam kolom ekstraksi.

- b. Kolom Ekstraksi

Kolom ekstraksi yang digunakan terbuat dari *stainless steel* berbentuk silinder dengan dimensi: tinggi 8 cm dan diameter dalam 2,06 cm.

- c. *Collection Vial*

*Collection Vial* yang digunakan berbahan polipropilen. Alat ini berfungsi untuk menampung ekstrak dan tempat terpisahnya antara pelarut (CO<sub>2</sub>) dengan ekstrak.

- d. Oven

Oven digunakan sebagai pemanas untuk menaikkan dan menjaga suhu operasi ekstraksi. Oven ini beroperasi hingga mencapai suhu 200°C.

- e. BPR (*Back Pressure Regulator*)

BPR berfungsi sebagai pengatur tekanan proses. BPR ini dapat menahan tekanan hingga 50 MPa. BPR dilengkapi dengan pemanas, yang bertujuan agar CO<sub>2</sub> yang keluar dari BPR tidak mengalami *freezing* (pembekuan) sehingga tidak menyumbat *tube* produk yang keluar.

f. *High Performance Liquid Chromatography (HPLC) Pump*

Pompa yang digunakan adalah pompa Jasco PU-1586. Pompa ini digunakan untuk memompa karbon dioksida (CO<sub>2</sub>) liquid sampai pada tekanan operasi yang diinginkan. Pompa mempunyai tekanan maksimum 50 MPa. Laju alir maksimal pada pompa adalah 20 mL/menit.

g. *Gas Flowmeter*

*Gas Flowmeter* berfungsi untuk mengukur banyak karbon dioksida (CO<sub>2</sub>) yang terpakai selama proses berlangsung. Alat pengukur ini beroperasi dalam satuan m<sup>3</sup> dan liter, akan tetapi untuk penelitian ini yang dipakai dalam satuan liter.

h. Gelas Ukur

Gelas ukur digunakan sebagai tempat untuk etanol yang akan dipompa. Gelas ukur yang digunakan berukuran 200 mL.

### III.1.2.2 Alat Analisa

Kandungan kurkumin dalam ekstrak dianalisa menggunakan *Spektrofotometer UV-Vis* untuk mengetahui banyaknya senyawa kurkumin dalam ekstrak secara kuantitatif. Spektrofotometer yang digunakan adalah spektrofotometer UV-Vis Genesys 10S dari Thermo Scientific.

### III.2 Desain Penelitian

Desain Penelitian yang dilakukan dirancang menggunakan Program *Design Expert v11* dengan *Response Surface Methodology Box-Behnken Design*. Pada penelitian ini, variabel bebas meliputi suhu (X<sub>1</sub>), tekanan (X<sub>2</sub>), dan laju alir CO<sub>2</sub> (X<sub>3</sub>). Penentuan variabel bebas berdasarkan pada penelitian terdahulu (Salea et al., 2014). Variabel bebas dan rangnya ditunjukkan pada **Tabel III.1**.



**Tabel III.1.** Level dan variabel bebas percobaan ekstraksi dengan CO<sub>2</sub> superkritik

Level	Variabel Bebas		
	Suhu (°C)	Tekanan (MPa)	Laju alir CO <sub>2</sub> (mL/menit)
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>
1	40	15	4
2	60	20	6
3	80	25	8

Nilai variabel bebas diinputkan ke dalam Program *Design Expert v11* dengan metode *Response Surface Methodology (RSM) Box-Behnken Design* untuk dilakukan pengacakan. Setelah proses pengacakan kombinasi digunakan 17 kali percobaan yang ditunjukkan pada **Tabel III.2**. Respon yang diukur dan dioptimasi yaitu *yield* dan *recovery* senyawa kurkumin. Respon *yield* dan *recovery* masing-masing dihitung menurut **Persamaan 3.1 dan 3.2**.

$$\text{yield (\%)} = \frac{\text{berat ekstrak kurkumin}}{\text{berat bahan kering awal}} \times 100\% \quad (3.1)$$

$$\text{recovery (\%)} = \frac{\text{kurkumin terekstrak}}{\text{kurkumin yang terdapat di dalam bahan awal}} \times 100\% \quad (3.2)$$

Selanjutnya didapatkan data sebagai berikut :

**Tabel III.2** Rancangan Percobaan Ekstraksi menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM) *Box-Behnken Design*

Percobaan ke-	Faktor yang mempengaruhi		
	Suhu (°C)	Tekanan (MPa)	Laju Alir Etanol (mL/menit)
1	60	20	6
2	80	25	6
3	60	20	6
4	60	25	4
5	80	20	8
6	40	20	8
7	80	15	6
8	60	15	8
9	60	20	6
10	60	15	4
11	60	20	6
12	40	20	4
13	80	20	4
14	40	25	6
15	60	25	8
16	40	15	6
17	60	20	6

Dari tabel diatas dapat diketahui bahwa berdasarkan aplikasi dengan metode *Response Surface Methodology* (RSM) yang digunakan, jumlah percobaan yang harus dilakukan adalah sebanyak 17 kali.

*Response Surface Methodology* (RSM) merupakan suatu metode gabungan antara teknik matematika dan teknik statistik yang digunakan untuk membuat model dan menganalisa suatu

respon  $y$  yang dipengaruhi oleh beberapa variabel bebas/faktor  $x$  untuk mengoptimalkan respon tersebut.

Hubungan antara respon  $y$  dan variabel bebas  $x$  adalah:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_k) + \varepsilon$$

dimana:

$Y$  = variabel respon

$X_i$  = variabel bebas/faktor (  $i = 1, 2, 3, \dots, k$  )

$\varepsilon$  = error

Langkah pertama dari RSM adalah menemukan hubungan antara respon  $y$  dan faktor  $x$  melalui persamaan polinomial orde pertama dan digunakan model regresi linear, atau yang lebih dikenal dengan *first-order model* (model orde I):

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i$$

Rancangan eksperimen orde I yang sesuai untuk tahap penyingkiran faktor adalah rancangan faktorial  $2^k$  (*Two Level Factorial Design*).

Selanjutnya untuk model orde II, biasanya terdapat kelengkungan dan digunakan model polinomial orde kedua yang fungsinya kuadratik:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i < j} \beta_{ij} X_i X_j + \varepsilon$$

Rancangan eksperimen orde II yang digunakan adalah rancangan faktorial  $3^k$  (*Three Level Factorial Design*), yang sesuai untuk masalah optimasi. Kemudian dari model orde II ditentukan titik stasioner, karakteristik permukaan respon dan model optimasinya.

### III.3 Prosedur Penelitian

Percobaan ini dibagi menjadi 5 tahap, yaitu:

1. Persiapan bahan
2. Tahap ekstraksi
3. Tahap *cleaning*
4. Tahap analisa

#### III.3.1 Tahap Persiapan Bahan

Temulawak mula-mula dibersihkan kemudian diiris tipis. Selanjutnya irisan temulawak dikeringkan di dalam oven dengan suhu 60°C selama 24 jam. Temulawak yang sudah dikeringkan kemudian digiling dan diayak sehingga menghasilkan ukuran 35 mesh. Pengecilan ukuran dilakukan untuk memperbesar luas permukaan spesifik sehingga meningkatkan kontak antara temulawak dan pelarut selama ekstraksi. *Glassbead* ditambahkan pada bagian atas dan bawah ekstraktor masing-masing sebanyak 2,5 gram untuk mencegah terjadinya *channeling*. Selanjutnya, ekstraktor dipasang pada rangkaian peralatan ekstraksi superkritis.

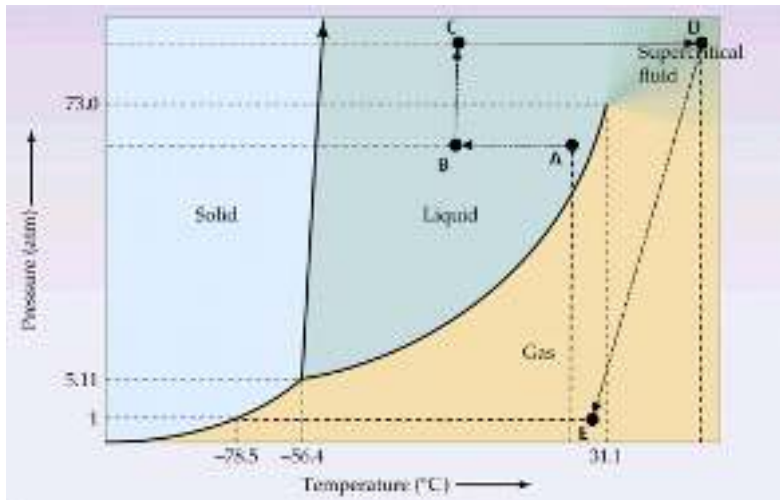
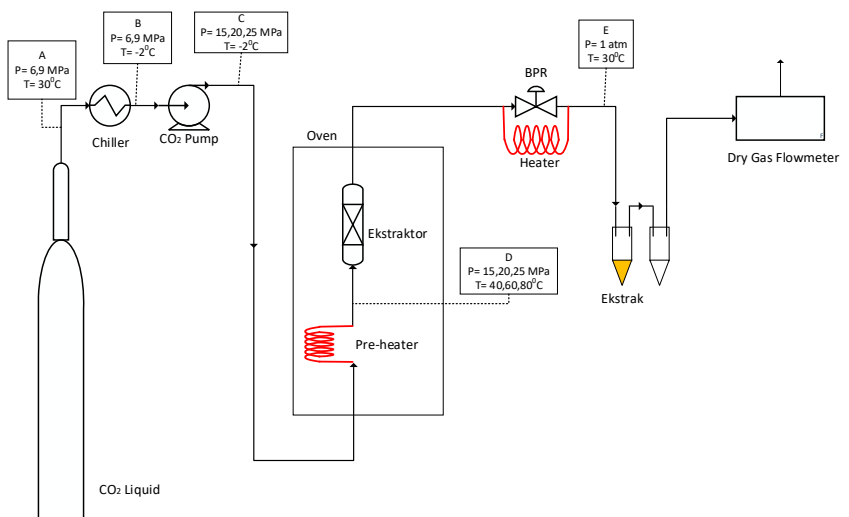
#### III.3.2 Tahap Ekstraksi

##### III.3.2.1 Ekstraksi CO<sub>2</sub> superkritis

Ekstraksi dilakukan pada peralatan ekstraksi CO<sub>2</sub> superkritis dengan skema diagram seperti terlihat pada **Gambar III.1**. Tahapan ekstraksi adalah sebagai berikut :

1. Memastikan peralatan sudah terhubung dengan sumber listrik dan BPR (*Back Pressure Regulator*) dalam keadaan tertutup.
2. Menghidupkan *chiller* dan menetapkan set suhunya pada -2°C.
3. Setelah *chiller* mencapai temperatur yang diinginkan, oven dihidupkan dan menetapkan pada suhu operasi, yaitu 40, 60 dan 80°C.
4. Menghidupkan pompa dan menunggu sampai kondisi pompa di monitor stabil.
5. Membuka *valve* tabung CO<sub>2</sub>, kemudian memompa CO<sub>2</sub> dengan laju sebesar 10 mL/menit (pada pompa).

6. Mendinginkan CO<sub>2</sub> dengan chiller yang suhunya -2°C. Hal ini bertujuan agar CO<sub>2</sub> yang akan menuju pompa dalam keadaan *liquid*.
7. Memompa CO<sub>2</sub> yang keluar dari *chiller* dengan menekan tombol "*pump*" pada pompa HPLC hingga tekanannya naik sesuai variabel tekanan (10, 15, 20 MPa)
8. Menambahkan etanol sebagai entrainer sebesar 2,5 mL.
9. Setelah itu mengalirkan CO<sub>2</sub> ke dalam oven yang dilengkapi dengan *pre-heater* yang telah diatur dengan suhu sesuai variabel (40, 60, 80°C), sehingga pada suhu tersebut, kondisi CO<sub>2</sub> telah menjadi fluida superkritis.
10. Secara *semi-batch*, mengontakkan CO<sub>2</sub> superkritis yang dialirkan ke dalam ekstraktor dengan rimpang temulawak. Waktu ekstraksi berlangsung selama 180 menit.
11. Pengambilan ekstrak dilakukan setiap 30 menit dengan cara menampungnya pada *collection vial*, serta mencatat angka pada gas *flowmeter*, kemudian mengganti dengan *collection vial* yang lain. Dengan cara yang sama, pengambilan ekstrak dilakukan selama proses ekstraksi sampai 3 jam.
12. Setelah proses selesai, tekanan dalam kolom diturunkan dengan cara membuka BPR secara perlahan sampai kolom tidak bertekanan.
13. Ekstrak yang tertampung di *collection vial* diambil dan ditimbang beratnya kemudian disimpan untuk dianalisa.

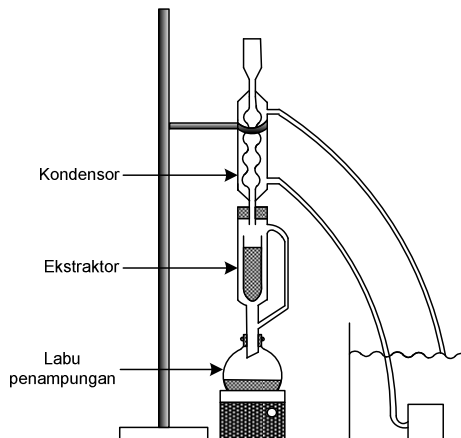


**Gambar III.1.** Skema Peralatan Ekstraksi Secara *Semi-Batch* dengan Diagram Fasennya

### III.3.2.2 Ekstraksi soxhlet

Proses ekstraksi soxhlet dilakukan dengan tahapan sebagai berikut:

1. Membungkus bahan padat yang akan diekstrak dengan kertas saring.
2. Memasukkan bahan padat pada tempatnya.
3. Memasukkan pelarut pada tabung distilasi.
4. Merangkai alat soxhlet sesuai dengan **Gambar III.2** kemudian menyambungkan kondenser dengan keran air.
5. Memanaskan tabung dengan reflux, suhu pemanas harus lebih rendah dari titik didih senyawa yang akan diekstraksi.
6. Melakukan ekstraksi satu kali dengan waktu ekstraksi selama 18 jam.
7. Memisahkan minyak dan pelarut menggunakan corong pemisah, kemudian menampung minyak ke dalam botol sampel.
8. Melakukan analisis terhadap minyak yang dihasilkan.



**Gambar III.2** Rangkaian ekstraktor soxhlet

### III.3.3 Tahap *Cleaning*

Tahap *cleaning* dilakukan setelah percobaan yang bertujuan untuk membersihkan sisa - sisa ekstrak yang tertinggal di dalam ekstraktor maupun di dalam *tube*. *Cleaning* dilakukan

dengan cara memompa etanol dan CO<sub>2</sub> superkritis ke dalam ekstraktor yang kemudian ditampung di *collection vial*.

### III.3.4 Tahap Analisa

Hasil ekstraksi (ekstrak) yang diperoleh disimpan dalam *collection vial* yang telah dibungkus dengan aluminium foil dan disimpan dalam *freezer*. Ekstrak dianalisa beratnya dengan menggunakan neraca sehingga dapat dihitung total ekstrak, yaitu berat ekstrak dibagi dengan berat *starting material* yang dimasukkan ke dalam ekstraktor (gr/gr sampel). Kemudian ekstrak dianalisa menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

#### III.3.4.1 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer yang digunakan pada penelitian ini adalah spektrofotometer UV-Vis *Genesys 10S* dari *Thermo Scientific*. Kuvet kuarsa digunakan sebagai tempat sampel pada saat analisa. Kemudian mengatur panjang gelombang pada spektrofotometer. Spektrofotometer dikalibrasi dengan cairan blangko yaitu etanol yang dimasukkan ke dalam kuvet. Kemudian mengatur panjang gelombang pada spektrofotometer. Untuk menganalisa kandungan kurkumin, panjang gelombang yang digunakan berturut-turut adalah 424 nm. Setelah itu membuat larutan standar kurkumin yang dilarutkan dengan etanol. Larutan standar kurkumin dibuat dengan konsentrasi 5 – 25 ppm. Kemudian mengukur absorbansi pada masing – masing konsentrasi untuk mendapatkan kurva kalibrasi.

Untuk menghitung berat kurkumin yang berhasil terekstrak dilakukan perbandingan absorbansi dengan larutan standar yang telah dibuat. Ekstrak dilarutkan dalam 3 mL etanol lalu diukur nilai absorbansinya. Nilai absorbansi yang diperoleh dimasukkan ke dalam persamaan garis yang telah didapat dari kurva kalibrasi. Kemudian dapat dihitung total ekstrak kurkumin yaitu berat kurkumin yang terekstrak dibagi dengan berat *starting material* yang dimasukkan ke dalam ekstraktor (mg/gr sampel).



***“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”***

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Dalam penelitian ini, dipelajari pengaruh kondisi operasi dalam ekstraksi senyawa fitokimia dari temulawak, yaitu kurkumin menggunakan metode ekstraksi dengan fluida karbondioksida superkritis, terhadap total ekstrak yang diperoleh. Dalam percobaan ini dilakukan berbagai variasi kondisi operasi, yaitu tekanan, suhu, dan laju alir etanol. Selain itu, dalam penelitian ini juga dipelajari pengaruh kondisi operasi terhadap % recovery kurkumin.

Untuk mengetahui kandungan awal dari senyawa kurkumin di dalam temulawak, dilakukan ekstraksi temulawak menggunakan metode ekstraksi sokhlet dengan pelarut etanol selama 18 jam. Sebelum dilakukan proses ekstraksi, temulawak dihaluskan terlebih dahulu menjadi ukuran yang lebih kecil, dengan ukuran sekitar 20-35 mesh. Proses penghalusan tersebut akan menyebabkan luas area interaksi antara *solute* dan *solvent* akan semakin besar, menyebabkan kerusakan pada dinding sel, dan akan menurunkan hambatan daripada transfer massa. Hal-hal tersebut akan dapat meningkatkan yield ekstrak, serta meningkatkan pula kandungan kurkumin dalam ekstrak. *Starting material* yang digunakan pada ekstraksi sokhlet sebanyak 7 gram. Berdasarkan hasil analisa dengan spektrofotometer Uv-Vis dari hasil ekstraksi sokhlet tersebut didapatkan kandungan kurkumin di dalam temulawak sebesar 6,77 mg/gr sampel (*dry basis*). Hasil % recovery kurkumin pada penelitian ini adalah perbandingan antara banyaknya ekstrak kurkumin pada metode ekstraksi CO<sub>2</sub> superkritis dengan banyaknya ekstrak kurkumin menggunakan metode ekstraksi soklet.

#### **IV.1 Pemilihan Model**

Penelitian dilakukan berdasarkan hasil desain dari aplikasi *Design Expert v11* dengan menggunakan Metodologi Respon Permukaan *Box Behnken Design (BBD)* dan memakai 5 titik tengah

(center point). Dari desain tersebut telah dilakukan percobaan dan didapat hasil sebagai berikut:

**Tabel IV.1.** Tabel percobaan dan hasil multirespon

Run	X <sub>1</sub> Suhu (°C)	X <sub>2</sub> Tekanan (MPa)	X <sub>3</sub> Laju Alir (mL/min)	Respon Recovery (%)	Respon Yield (%)
1	60	20	6	9,67405	0,053005
2	80	25	6	5,94351	0,0413142
3	60	20	6	21,9678	0,063453
4	60	25	4	18,4848	0,112668
5	80	20	8	5,45177	0,0828215
6	40	20	8	4,64271	0,070632
7	80	15	6	3,00751	0,024483
8	60	15	8	2,47936	0,0254297
9	60	20	6	14,5007	0,0657714
10	60	15	4	1,86228	0,014741
11	60	20	6	5,91041	0,0705325
12	40	20	4	3,93284	0,0372967
13	80	20	4	3,06599	0,017613
14	40	25	6	17,47	0,16352
15	60	25	8	16,4637	0,105352
16	40	15	6	15,446	0,0430778
17	60	20	6	10,3123	0,0851374

Dari data diatas setelah dianalisa menggunakan *Design Expert v11* diperoleh kesimpulan untuk masing-masing respon *fit summary*

**Tabel IV.2.** Fit Summary untuk Recovery

Source	Sequential p-value	Lack of fit p-value	Adjusted R <sup>2</sup>	Predicted R <sup>2</sup>	
Linear	0,1440	0,5726	0,1765	-0,1299	Suggested
2FI	0,9962	0,3894	-0,0644	-1,2928	
Quadratic	0,3770	0,3676	-0,0038	-2,9221	
Cubic	0,3676		0,1400		Aliased

**Tabel IV.3.** Fit Summary untuk Yield

Source	Sequential p-value	Lack of fit p-value	Adjusted R <sup>2</sup>	Predicted R <sup>2</sup>	
Linear	0,0016	0,0518	0,6036	0,3512	Suggested
2FI	0,1645	0,0672	0,6836	0,0896	
Quadratic	0,7620	0,0320	0,6132	-1,3808	
Cubic	0,0320		0,9094		Aliased

Dari **Tabel IV.2.** dan **Tabel IV.3.** dapat diketahui bahwa model yang disarankan adalah model linear karena  $p\text{-value} < 0,05$ , namun semua model diatas masih dapat digunakan untuk menentukan optimasi dari recovery dan yield kurkumin. Untuk model linier diperoleh *analysis of variance* (ANOVA) dan *fit statistic* seperti ditunjukkan pada **Tabel IV.4** sampai **Tabel IV.7.**

**Tabel IV.4.** ANOVA untuk model linier (Yield)

Source	Sum of Square	df	Mean Square	F-value	p-value	
Model	0,0165	3	0,0055	9,12	0,0016	significant
A-Suhu	0,0027	1	0,0027	4,57	0,0521	
B-Tekanan	0,0124	1	0,0124	20,63	0,0006	
C-Laju alir	0,0013	1	0,0013	2,16	0,1656	
Residual	0,0078	13	0,0006			
Lack of Fit	0,0073	9	0,0008	5,88	0,0518	not significant
Pure Error	0,0005	4	0,0001			
Cor Total	0,0243	16				

**Tabel IV.5.** ANOVA untuk model linier (Recovery)

Source	Sum of Square	df	Mean Square	F-value	p-value	
Model	230,62	3	76,87	2,14	0,1440	not significant
A-Suhu	72,14	1	72,14	2,01	0,1797	
B-Tekanan	158,13	1	158,13	4,41	0,0558	
C-Laju alir	0,3577	1	0,3577	0,0100	0,9220	
Residual	466,26	13	35,87			
Lack of Fit	316,42	9	35,16	0,9386	0,5726	not significant
Pure Error	149,83	4	37,46			
Cor Total	696,87	16				

**Tabel IV.6.** *Fit statistic* untuk model linier (Yield)

Source	Coefficient
Std. Dev.	0,0245
Mean	0,0633
C.V. %	38,72
R <sup>2</sup>	0,6779
Adjusted R <sup>2</sup>	0,6036
Predicted R <sup>2</sup>	0,3512
Adeq Precision	9,7379

**Tabel IV.7.** *Fit statistic* untuk model linier (Recovery)

Source	Coefficient
Std. Dev.	5,99
Mean	9,45
C.V. %	63,39
R <sup>2</sup>	0,3309
Adjusted R <sup>2</sup>	0,1765
Predicted R <sup>2</sup>	-0,1299
Adeq Precision	5,1282

Koefisien variasi (CV) adalah ukuran yang mengekspresikan standar deviasi sebagai persentase mean, nilai CV yang lebih kecil memberikan reproduktifitas yang lebih baik. CV kurang dari 10 menunjukkan bahwa model tersebut dapat direproduksi. Prediksi Jumlah Kuadrat (PRESS) untuk model, yang merupakan ukuran bagaimana model tertentu sesuai dengan masing-masing titik dalam desain. Semua parameter statistik ini menunjukkan keandalan model.

Nilai  $p$  digunakan sebagai alat untuk memeriksa signifikansi masing-masing koefisien, yang pada gilirannya dapat mengindikasikan pola interaksi antar variabel. Semakin kecil nilai  $p$ , semakin signifikan koefisien yang sesuai. Dapat dilihat bahwa semua koefisien ternyata tidak signifikan karena  $p > 0,05$ .

Dari **Tabel IV.4** dan **Tabel IV.5** dapat diketahui bahwa untuk model Linier hanya dapat digunakan untuk memprediksi independen faktor saja tanpa adanya interaksi antar faktor. Karena

alasan tersebut, kita harus mengganti dengan model lain yang dapat memprediksi interaksi antar faktor. Berdasarkan **Tabel IV.2** dan **Tabel IV.3** model yang selanjutnya disarankan adalah model kuadrat. Dari model kuadrat diperoleh *analysis of variance* (ANOVA) dan *fit statistic* seperti ditunjukkan pada **Tabel IV.8** sampai **Tabel IV.11**.

**Tabel IV.8.** ANOVA untuk model kuadrat (Yield)

Source	Sum of Square	df	Mean Square	F-value	p-value	
<b>Model</b>	0,0202	9	0,0022	3,82	0,0456	significant
A-Suhu	0,0027	1	0,0027	4,68	0,0672	
B-Tekanan	0,0124	1	0,0124	21,15	0,0025	
C-Laju alir	0,0013	1	0,0013	2,21	0,1805	
AB	0,0027	1	0,0027	4,57	0,0698	
AC	0,0003	1	0,0003	0,4327	0,5317	
BC	0,0001	1	0,0001	0,1381	0,7212	
A <sup>2</sup>	0,0002	1	0,0002	0,2556	0,6287	
B <sup>2</sup>	0,0002	1	0,0002	0,3019	0,5998	
C <sup>2</sup>	0,0004	1	0,0004	0,6501	0,4466	
<b>Residual</b>	0,0041	7	0,0006			
Lack of Fit	0,0036	3	0,0012	8,63	0,0320	significant
Pure Error	0,0005	4	0,0001			
<b>Cor Total</b>	0,0243	16				

**Tabel IV.9.** ANOVA untuk model kuadrat (Recovery)

Source	Sum of Square	df	Mean Square	F-value	p-value	
<b>Model</b>	390,85	9	43,43	0,9933	0,5157	not significant
A-Suhu	72,14	1	72,14	1,65	0,2398	
B-Tekanan	158,13	1	158,13	3,62	0,0989	
C-Laju alir	0,3577	1	0,3577	0,0082	0,9305	
AB	0,2079	1	0,2079	0,0048	0,9469	
AC	0,7022	1	0,7022	0,0161	0,9027	
BC	1,74	1	1,74	0,0398	0,8475	
A <sup>2</sup>	60,09	1	60,09	1,37	0,2794	
B <sup>2</sup>	13,21	1	13,21	0,3022	0,5996	

C <sup>2</sup>	82,33	1	82,33	1,88	0,2123	
<b>Residual</b>	306,03	7	43,72			
Lack of Fit	156,19	3	52,06	1,39	0,3676	not significant
Pure Error	149,83	4	37,46			
<b>Cor Total</b>	696,87	16				

**Tabel IV.10.** *Fit statistic* untuk model kuadratik (Yield)

Source	Coefficient
<b>Std. Dev.</b>	0,4091
<b>Mean</b>	0,1811
<b>C.V. %</b>	225,92
<b>R<sup>2</sup></b>	0,3330
<b>Adjusted R<sup>2</sup></b>	-0,8677
<b>Predicted R<sup>2</sup></b>	-0,6922
<b>Adeq Precision</b>	1,4754

**Tabel IV.11.** *Fit statistic* untuk model kuadratik (Recovery)

Source	Coefficient
<b>Std. Dev.</b>	24,55
<b>Mean</b>	30,41
<b>C.V. %</b>	80,70
<b>R<sup>2</sup></b>	0,6772
<b>Adjusted R<sup>2</sup></b>	0,0963
<b>Predicted R<sup>2</sup></b>	-2,8810
<b>Adeq Precision</b>	4,0224

Dari **Tabel IV.10.** dan **Tabel IV.11.** diperoleh kesimpulan bahwa untuk model kuadratik dapat digunakan karena *adequate precision* untuk recovery sebesar 4,0224.

## **IV.2 Model Fitting Kuadratik (Yield)**

Hasil analisis RSM yang dilakukan ditunjukkan pada **Tabel IV.12.** Hasil ekstraksi secara eksperimen digunakan untuk menentukan koefisien persamaan permukaan respon. Koefisien regresi dari *intercept*, linear, kuadrat, dan syarat interaksi model

dihitung dengan menggunakan teknik *least square* dan disajikan pada **Tabel IV.8**. Diperoleh persamaan polinomial orde kedua Persamaan (4.1) ditemukan dengan baik untuk mewakili percobaan data ( $R^2 = 0,8308$ ).

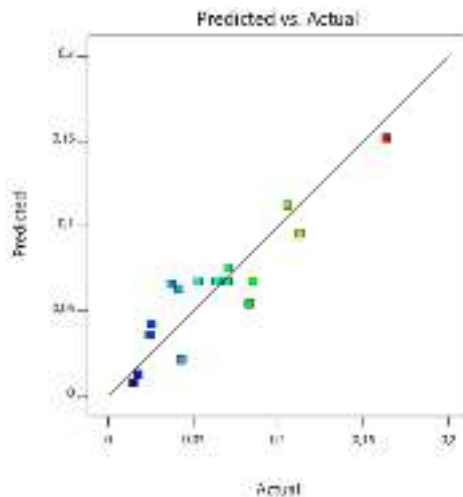
$$\begin{aligned} \text{Yield kurkumin (\%)} = & -0,401315 + 0,004849A + 0,015740B \\ & + 0,031979C - 0,000259AB + 0,000199AC \\ & - 0,000450BC - 0,000015A^2 + 0,000260B^2 \\ & - 0,002380C^2 \end{aligned} \quad (4.1)$$

**Tabel IV.12.** Respon permukaan *Box Behnken design* dan hasil yield kurkumin

Run	Variabel aktual			Yield (mg/gr sampel)		
	A(°C)	B(MPa)	C(mL/min)	Eksperimen	Prediksi	Residual
1	60	20	6	0,0530	0,0676	-0,0146
2	80	25	6	0,0413	0,0630	-0,0217
3	60	20	6	0,0635	0,0676	-0,0041
4	60	25	4	0,1127	0,0957	0,0170
5	80	20	8	0,0828	0,0543	0,0286
6	40	20	8	0,0706	0,0754	-0,0048
7	80	15	6	0,0245	0,0361	-0,0116
8	60	15	8	0,0254	0,0424	-0,0170
9	60	20	6	0,0658	0,0676	-0,0018
10	60	15	4	0,0147	0,0079	0,0068
11	60	20	6	0,0705	0,0676	0,0030
12	40	20	4	0,0373	0,0659	-0,0286
13	80	20	4	0,0176	0,0128	0,0048
14	40	25	6	0,1635	0,1519	0,0116
15	60	25	8	0,1054	0,1122	-0,0068
16	40	15	6	0,0431	0,0213	0,0217
17	60	20	6	0,0851	0,0676	0,0176

Nilai prediksi dihitung dari Persamaan (4.1) sangat sesuai dengan nilai eksperimen, seperti yang ditunjukkan pada **Gambar IV.1**. Oleh karena itu, model kuadrat ini paling memungkinkan untuk rangkaian percobaan ini.

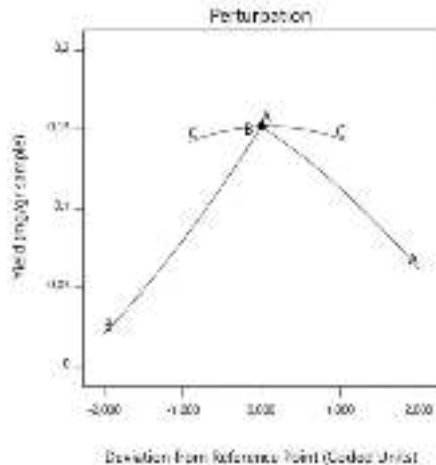




**Gambar IV.1.** Eksperimen yield ekstraksi vs prediksi yield ekstraksi

#### IV.2.1 Plot Perturbasi % Yield

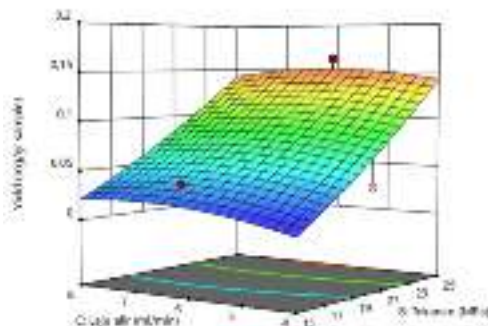
Perturbasi plot menunjukkan perbandingan antara semua faktor pada titik yang dipilih dalam ruang desain yang dipertimbangkan. Plot perturbasi untuk hasil yield kurkumin ditunjukkan pada **Gambar IV.2**. Respons hasil pada gambar dengan mengubah hanya satu faktor di atas rentangnya, sementara faktor lainnya dipertahankan konstan. Plot tersebut menunjukkan pengaruh semua faktor pada titik pusat di ruang desain (misalnya, suhu, tekanan dan laju alir). Semua faktor menunjukkan efek positif pada yield hasil ekstraksi kurkumin. Kelengkungan curam pada masing-masing kondisi operasi menunjukkan respon hasil yield kurkumin sangat cepat terhadap faktor-faktor ini. Melalui perbandingan koefisien dalam Persamaan (4.1), parameter yang paling signifikan ditentukan. Dengan cara ini, urutan pengaruh positif dari masing-masing persyaratan pada hasil ekstrak yang diperoleh adalah tekanan, suhu dan laju alir.



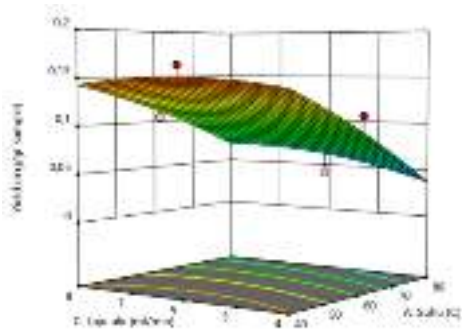
**Gambar IV.2.** Plot perturbasi untuk rate respon yield (a) Suhu, (b) Tekanan, (c) Laju alir.

#### IV.2.2 Optimasi Kondisi Ekstraksi Kurkumin untuk % Yield

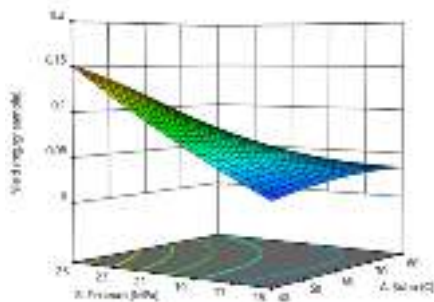
Hasil yield kurkumin yang dipengaruhi oleh tekanan, suhu dan laju alir diplot menggunakan software *Design Expert v11* untuk mempelajari efek parameter dan interaksinya terhadap hasil ekstraksi kurkumin menghasilkan plot permukaan respon yang disajikan pada **Gambar IV.3.** dan **Gambar IV.4.**



a. Suhu = 40°C

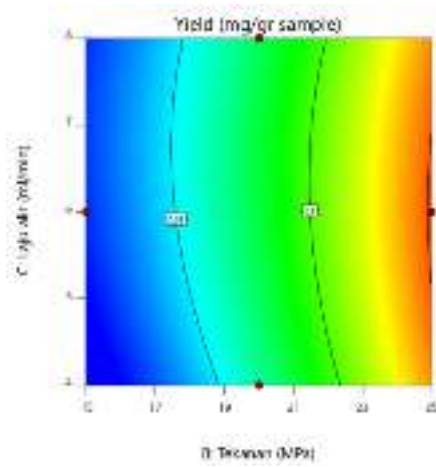


b. Tekanan = 25 MPa

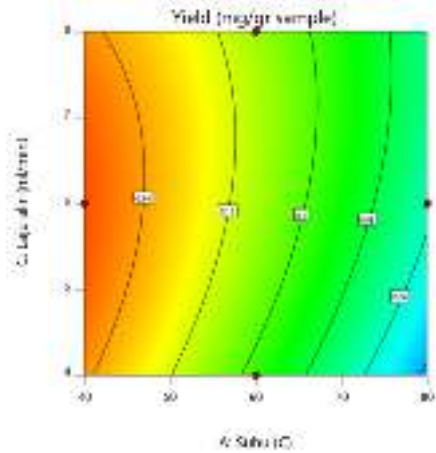


c. Laju Alir = 6 mL/min

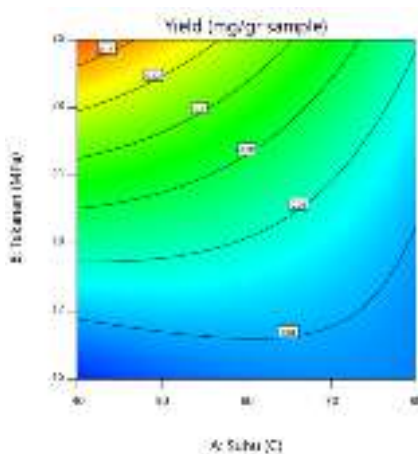
**Gambar IV.3.** Respon permukaan (3D) menunjukkan pengaruh (a) Suhu, (b) Tekanan dan (c) Laju alir pada yield



a. Suhu = 40°C



b. Tekanan = 25 MPa



c. Laju Alir = 6 mL/min

**Gambar IV.4.** Plot kontur menunjukkan pengaruh (a) Suhu (b) Tekanan dan (c) Laju alir pada yield

**Gambar IV.3a.** dan **Gambar IV.4a.** menunjukkan plot permukaan respon 3-D dan plot kontur yang dikembangkan untuk menghasilkan yield kurkumin dengan berbagai tekanan dan laju alir pada suhu tetap 40°C. Hasil ekstrak kurkumin meningkat dengan seiring meningkatnya tekanan dan laju alir. Hasil ekstraksi tertinggi terjadi pada tekanan 25 MPa dan laju alir 5,8358 mL/min.

**Gambar IV.3b.** dan **Gambar IV.4b.** menunjukkan plot permukaan respon 3-D dan plot kontur yang dikembangkan untuk menghasilkan yield kurkumin dengan berbagai suhu dan laju alir pada tekanan tetap 25 MPa. Hasil kurkumin meningkat seiring meningkatnya laju alir namun sebaliknya pada suhu. Dapat dilihat bahwa maksimum yield kurkumin dapat dicapai saat suhu dan laju alir masing-masing adalah 40°C dan 5,8358 mL/min.

**Gambar IV.3c.** dan **Gambar IV.4c.** menunjukkan plot permukaan respon 3-D dan plot kontur yang dikembangkan untuk menghasilkan yield kurkumin dengan berbagai suhu dan tekanan pada laju alir tetap 6 mL/min. Dapat dilihat maksimum yield



#### IV.2.4 Pengaruh Suhu Pada % Yield

Pengaruh suhu diamati pada suhu 40-80°C ditunjukkan pada **Gambar IV.3b** untuk temperatur vs laju alir dan **Gambar IV.3c**. untuk suhu vs tekanan. Dari hasil yang diperoleh, diamati bahwa yield kurkumin akan terus meningkat bila temperatur diturunkan sampai temperatur 40°C yaitu diperoleh 0,151075 mg/gr sampel.

#### IV.2.5 Pengaruh Laju Alir Pada % Yield

Pengaruh laju alir diamati pada laju alir 4-8 mL/min ditunjukkan pada **Gambar IV.3a**. untuk laju alir vs tekanan dan **Gambar IV.3b**. untuk laju alir vs suhu. Dari hasil yang diperoleh, diamati bahwa yield kurkumin akan terus meningkat hingga laju alir 6 mL/min yaitu diperoleh 0,151179 mg/gr sampel, setelah itu % yield akan menurun. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi laju alir yang digunakan maka akan semakin tinggi yield yang diperoleh karena dengan meningkatnya laju alir operasi, solubilitas solute terhadap pelarut juga akan meningkat, namun optimumnya diperoleh pada laju alir tengah yaitu 6 mL/min.

#### IV.3 Model fitting (Recovery)

Hasil analisis RSM yang dilakukan ditunjukkan pada **Tabel IV.13**. Hasil ekstraksi secara eksperimen digunakan untuk menentukan koefisien persamaan permukaan respon. Koefisien regresi dari intersep, linear, kuadrat, dan syarat interaksi model dihitung dengan menggunakan teknik least square dan disajikan pada **Tabel IV.9**. Diperoleh persamaan polinomial orde kedua Persamaan (4.2) ditemukan dengan baik untuk mewakili percobaan data ( $R^2 = 0,5609$ ).

$$\begin{aligned} \text{Recovery kurkumin (\%)} = & -43,79829 + 0,874740A - 1,68622B \\ & + 14,06224C + 0,002280AB + 0,010474AC \\ & - 0,065953BC - 0,009444A^2 + 0,070858B^2 \\ & - 1,10549C^2 \end{aligned} \quad (4.2)$$

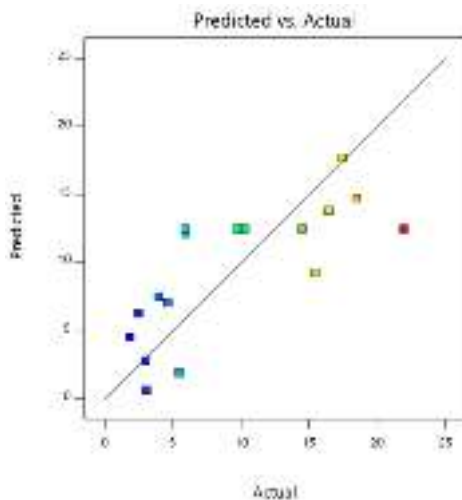
Semakin kecil nilai  $p$ , semakin signifikan koefisien yang sesuai. Dapat dilihat bahwa semua koefisien ternyata tidak signifikan karena  $p > 0,05$ .

**Tabel IV.13.** Respon Permukaan *Box Behnken design* dan hasil recovery kurkumin

Run	Variabel aktual			Recovery (%)		
	A(°C)	B(MPa)	C(mL/min)	Eksperimen	Prediksi	Residual
1	60	20	6	9,67	12,47	-2,80
2	80	25	6	5,94	12,14	-6,19
3	60	20	6	21,97	12,47	9,49
4	60	25	4	18,48	14,72	3,77
5	80	20	8	5,45	1,90	3,55
6	40	20	8	4,64	7,07	-2,43
7	80	15	6	3,01	2,79	0,2175
8	60	15	8	2,48	6,25	-3,77
9	60	20	6	14,50	12,47	2,03
10	60	15	4	1,86	4,51	-2,64
11	60	20	6	5,91	12,47	-6,56
12	40	20	4	3,93	7,48	-3,55
13	80	20	4	3,07	0,6400	2,43
14	40	25	6	17,47	17,69	-0,2175
15	60	25	8	16,46	13,82	2,64
16	40	15	6	15,45	9,25	6,19
17	60	20	6	10,31	12,47	-2,16

Nilai prediksi dihitung dari Persamaan (4.2) sangat sesuai dengan nilai eksperimen, seperti yang ditunjukkan pada **Gambar IV.6.** Oleh karena itu, model kuadrat ini paling memungkinkan untuk rangkaian percobaan ini.

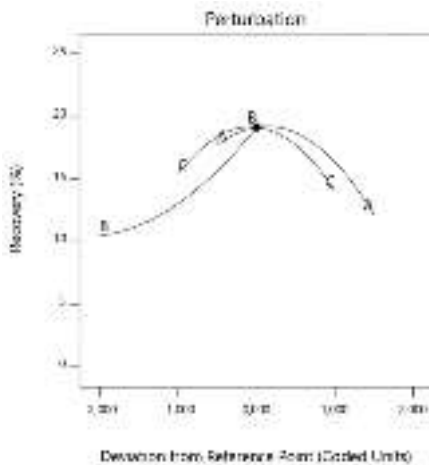




**Gambar IV.6.** Eksperimen recovery ekstraksi vs prediksi recovery ekstraksi

#### IV.3.1 Plot Perturbasi % Recovery

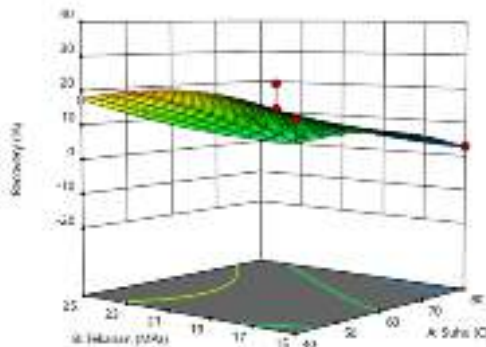
Perturbasi plot menunjukkan perbandingan antara semua faktor pada titik yang dipilih dalam ruang desain yang dipertimbangkan. Plot perturbasi untuk hasil recovery kurkumin ditunjukkan pada **Gambar IV.7.** Respons hasil digambar dengan mengubah hanya satu faktor di atas rentangnya sementara faktor lainnya dipertahankan konstan. Plot tersebut menunjukkan pengaruh semua faktor pada titik pusat di ruang desain (misalnya, temperatur, tekanan dan laju alir). Semua faktor menunjukkan efek positif pada yield hasil ekstraksi kurkumin. Kelengkungan curam pada masing-masing kondisi operasi menunjukkan respon hasil recovery kurkumin sangat cepat terhadap faktor-faktor ini. Melalui perbandingan koefisien dalam Persamaan. (4.2), parameter yang paling signifikan ditentukan. Dengan cara ini, urutan pengaruh positif dari masing-masing persyaratan pada hasil minyak nilam yang diperoleh adalah tekanan, suhu dan laju alir.



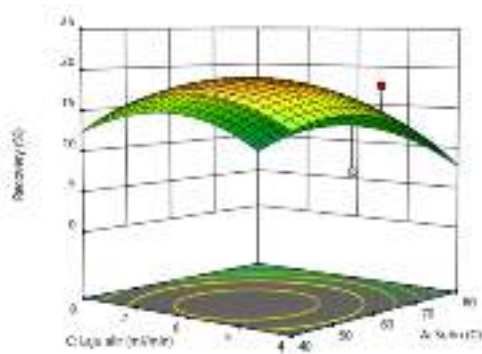
**Gambar IV.7.** Plot perturbasi untuk rate respon (a) Suhu, (b) Tekanan, (c) Laju alir pada recovery.

#### IV.3.2 Optimasi Kondisi Ekstraksi Kurkumin untuk %Recovery

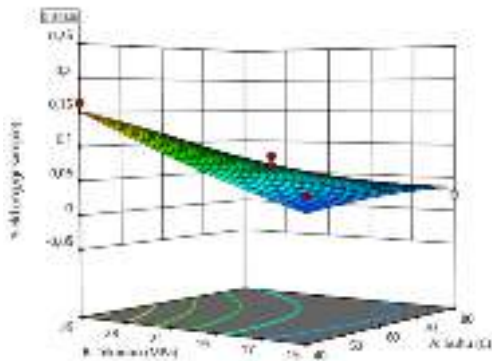
Hasil recovery kurkumin yang dipengaruhi oleh tekanan, suhu dan laju alir diplot menggunakan software *Design Expert v11* untuk mempelajari efek parameter dan interaksinya terhadap hasil ekstraksi kurkumin menghasilkan plot permukaan respon yang disajikan pada **Gambar IV.8.** dan **Gambar IV.9.**



a. Suhu = 50°C

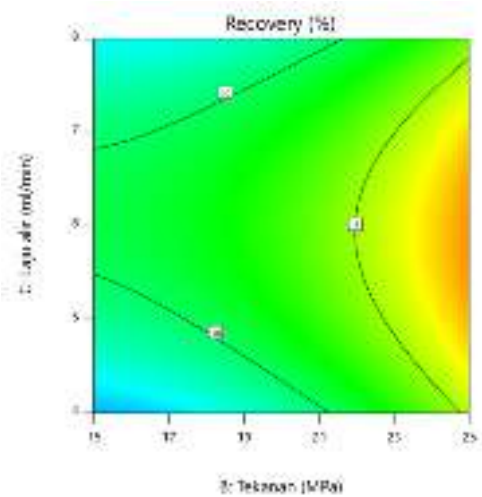


b. Tekanan = 25 MPa

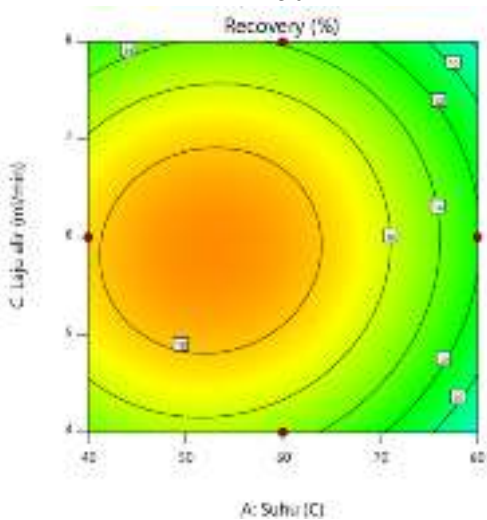


c. Laju Alir = 6 mL/min

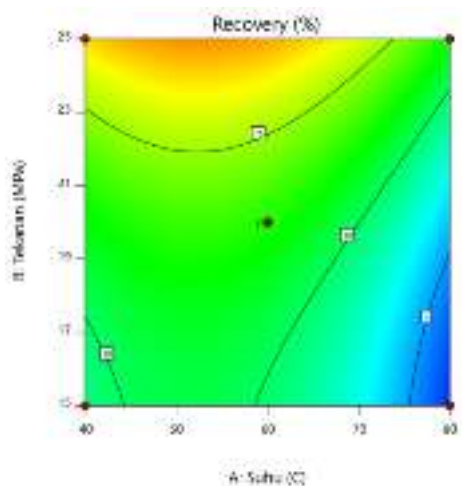
**Gambar IV.8.** Respon permukaan (3D) menunjukkan pengaruh (a) temperatur, (b) tekanan dan (c) laju alir pada recovery



a. Suhu = 50°C



b. Tekanan = 25 MPa



c. Laju Alir = 6 mL/min

**Gambar IV.9.** Plot kontur menunjukkan pengaruh (a) suhu, (b) tekanan dan (c) laju alir pada recovery

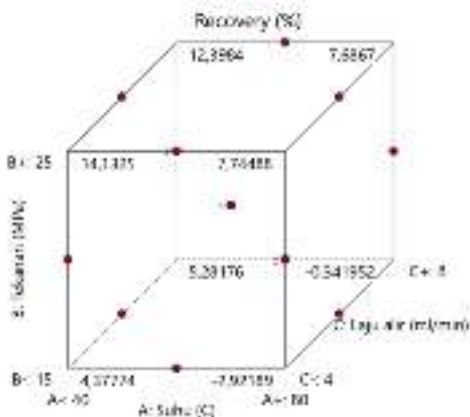
Pada **Gambar IV.8a.** dan **Gambar IV.9a.** saat plot permukaan respon 3-D dan plot kontur dikembangkan untuk menghasilkan recovery kurkumin dengan berbagai tekanan dan laju alir pada suhu tetap 50°C. Hasil ekstrak kurkumin meningkat dengan seiring meningkatnya tekanan dan laju alir. Hasil ekstraksi tertinggi terjadi pada tekanan 24,9844 MPa dan laju alir 5,76932 mL/min.

Pada **Gambar IV.8b.** dan **Gambar IV.9b.** saat plot permukaan respon 3-D dan plot kontur dikembangkan untuk menghasilkan yield kurkumin dengan berbagai suhu dan laju alir pada tekanan tetap 25 MPa. Dapat dilihat maksimum yield kurkumin dapat dicapai saat suhu dan laju alir masing-masing adalah 50,2727°C dan 5,76932 mL/min.

Pada **Gambar IV.8c.** dan **Gambar IV.9c.** saat plot permukaan respon 3-D dan plot kontur dikembangkan untuk menghasilkan yield kurkumin dengan berbagai suhu dan tekanan pada laju alir tetap 6 mL/min. Dapat dilihat maksimum yield

kurkumin dapat dicapai saat suhu dan laju alir masing-masing adalah 50,6932°C dan 24,9787 MPa.

Dapat disimpulkan bahwa kondisi ekstraksi optimal yield kurkumin adalah temperatur 50°C, tekanan 25 MPa dan laju alir 6 mL/min seperti ditunjukkan pada **Gambar IV.10**. Pada kondisi optimal ini, hasil prediksi recovery ekstrak kurkumin adalah 18,2566%.



**Gambar IV.10.** Grafik optimasi recovery ekstraksi kurkumin dan *desirability*

### IV.3.3 Pengaruh Tekanan Pada % Recovery

Pengaruh tekanan diamati pada tekanan 15-25 MPa ditunjukkan pada **Gambar IV.8a**. tekanan vs laju alir dan **Gambar IV.8c**. tekanan vs suhu. Dari hasil yang diperoleh, diamati bahwa % recovery kurkumin akan terus meningkat hingga temperatur 25 MPa yaitu diperoleh 18,4887%. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi tekanan yang digunakan maka akan semakin tinggi recovery karena dengan meningkatnya tekanan operasi, solubilitas solute terhadap pelarut juga akan meningkat.

#### **IV.3.4 Pengaruh Suhu Pada % Recovery**

Pengaruh suhu diamati pada suhu 40 - 80°C ditunjukkan pada **Gambar IV.8b** suhu vs laju alir dan **Gambar IV.8c**. suhu vs tekanan. Dari hasil yang diperoleh, diamati bahwa %recovery kurkumin akan terus meningkat hingga temperatur 50°C yaitu diperoleh 18,4566%, jika suhu dinaikkan %recovery akan semakin menurun.

#### **IV.3.5 Pengaruh Laju Alir Pada % Recovery**

Pengaruh laju alir diamati pada laju alir 4-8 mL/min ditunjukkan pada **Gambar IV.8a**. laju alir vs tekanan dan **Gambar IV.8b**. laju alir vs suhu. Dari hasil yang diperoleh, diamati bahwa % recovery kurkumin akan terus meningkat hingga laju alir 5,76932 mL/min yaitu diperoleh 18,4566%, jika suhu dinaikkan %recovery akan semakin menurun.

#### **IV.4 Pengaruh Kondisi Operasi pada ekstraksi CO<sub>2</sub> Superkritis**

##### **a. Pengaruh suhu**

Dari beberapa data yg kami miliki, pengaruh suhu yang kami peroleh dari hasil ekstraksi CO<sub>2</sub> superkritis yang kami lakukan adalah semakin tinggi suhu yang digunakan maka akan memperoleh yield dan recovery yang semakin kecil. Paling optimal menggunakan suhu rendah. Hasil paling signifikan yang bisa dilihat yaitu terjadi pada run ke 2-14 dan run ke 7-16.

##### **b. Pengaruh tekanan**

Pengaruh tekanan pada hasil ekstraksi CO<sub>2</sub> superkritis yang kami lakukan paling signifikan dapat dilihat pada run ke 4-10, dari hasil tersebut menunjukkan bahwa semakin besar tekanan yang digunakan maka yield dan recovery akan semakin besar.

##### **c. Pengaruh laju alir pelarut CO<sub>2</sub>**

Pada laju alir hasil yang diperoleh untuk recovery dan yield kurang signifikan karena ada yang menunjukkan bahwa laju

alir besar memperoleh hasil yang tinggi dan ada pula yang menunjukkan bahwa sebaliknya, kemungkinan hal ini karena kondisi optimal untuk laju alir ada di variabel pertengahan yaitu 6.

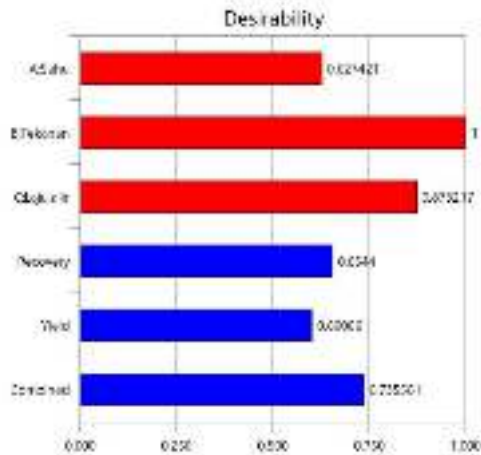
**Tabel IV.14.** Pengaruh Variabel Pada Perolehan Yield dan Recovery Sesuai Data Aktual

run ke-	T	P	F	Recovery	Yield
r1	T=60	P=20	F=6	7,3432	0,0876
r2	T=80	P=25	F=6	7,3844	0,0513
r3	T=60	P=20	F=6	18,0160	0,0817
r4	T=60	P=25	F=4	22,9659	0,1400
r5	T=80	P=20	F=8	6,7734	0,1029
r6	T=40	P=20	F=8	5,7682	0,0878
r7	T=80	P=15	F=6	3,7366	0,0304
r8	T=60	P=15	F=8	3,0239	0,0316
r9	T=60	P=20	F=6	12,8122	0,1058
r10	T=60	P=15	F=4	0,9796	0,0046
r11	T=60	P=20	F=6	27,2934	0,0788
r12	T=40	P=20	F=4	4,8863	0,0463
r13	T=80	P=20	F=4	3,8093	0,0219
r14	T=40	P=25	F=6	21,7052	0,2032
r15	T=60	P=25	F=8	20,4549	0,1309
r16	T=40	P=15	F=6	19,1904	0,0535
r17	T=60	P=20	F=6	12,0193	0,0659

Dari hasil yang kami peroleh tersebut jika dibandingkan dengan nilai prediksi sudah sesuai karena pada prediksi diperoleh suhu optimal rendah, tekanan tinggi, dan laju alir tengah.



Hasil yang kami peroleh menghasilkan Pareto diagram sebagai berikut



**Gambar IV.11.** Diagram Pareto pengaruh kondisi operasi ekstraksi terhadap hasil Yield dan Recovery

Dari diagram diatas dapat disimpulkan bahwa yang paling berpengaruh signifikan untuk ekstraksi CO<sub>2</sub> superkritis yang kami lakukan adalah tekanan karena memiliki nilai desirability paling besar yaitu 1 (100%).

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **V.1. Kesimpulan**

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Berdasarkan kondisi operasi ekstraksi CO<sub>2</sub> superkritis, yang paling berpengaruh pada hasil *Yield* dan *Recovery* adalah tekanan, karena tekanan memiliki nilai *desirability* yang paling tinggi bahkan mencapai nilai 100%.
2. Pengaruh masing-masing kondisi operasi untuk respon recovery dan respon yield berbeda. Untuk respon recovery, pengaruh suhu terlihat jika semakin dinaikkan maka recovery akan terus naik sampai suhu optimum berada pada suhu 50°C setelah itu akan menurun. Pada tekanan bila dinaikkan maka % recovery akan terus naik sampai tekanan 25 MPa. Sedangkan laju alir dinaikkan recovery akan ikut naik sampai optimum pada laju 6 mL/min. Pada respon yield, bila tekanan dinaikkan maka yield akan terus naik, karena optimum tekanan adalah 25 MPa. Laju alir dinaikkan sampai 6 mL/min maka yield juga akan naik setelahnya akan terus menurun. Sedangkan pada suhu optimum pada 40°C, jika dinaikkan maka yield akan terus menurun
3. Dari penelitian yang kami lakukan, setelah dianalisa dengan metode *Response Surface Methodology Box Behnken Design* diketahui bahwa kondisi optimum dari ekstraksi superkritis CO<sub>2</sub> untuk memperoleh nilai recovery dan nilai yield berbeda. Kondisi operasi optimum untuk memperoleh recovery adalah dengan menggunakan tekanan 25 MPa, suhu 50°C dan laju alir 6 mL/min. Sedangkan untuk yield, kondisi operasi optimumnya adalah tekanan 25 MPa, suhu 40°C dan laju alir 6 mL/min.
4. Dapat disimpulkan bahwa penelitian yang kami lakukan berjalan dengan baik karena masing-masing variabel

menunjukkan bahwa kurkumin pada temulawak dapat terekstrak.

## **V.2. Saran**

1. Ekstrak yang diperoleh secepatnya dianalisa, sehingga kandungan dalam ekstrak yang diperoleh tidak rusak sebelum dianalisa.
2. Melakukan *cleaning* pada pompa dengan menggunakan etanol setiap setelah eksperimen.
3. Menganalisa komponen - komponen temulawak selain kurkumin yang dapat terlarut dalam solvent.
4. Mencari cara lain untuk menghilangkan solvent pada ekstrak agar kurkumin tidak terdegradasi.
5. Selalu berhati-hati dan teliti dalam merangkai alat dan sistem operasi ekstraksi superkritis karena alat-alat yang digunakan rawan rusak.

## DAFTAR PUSTAKA

- Bagchi, A., 2012. Extraction of Curcumin. *J. Environ. Sci. Toxicol. Food Technol.* 1, 1–16.
- Bezerra, M.A., Santelli, R.E., Oliveira, E.P., Villar, L.S., Escaleira, L.A., 2008. Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry. *Talanta* 76, 965–977.
- Box, G.E.P., Behnken, D.W., 1960. Some New Three Level Designs for the Study of Variables Quantitative. *Technometrics* 2, 455–475.
- Chattopadhyay, I., Biswas, K., Bandyopadhyay, U., Banerjee, R.K., 2004. Turmeric and curcumin: Biological actions and medicinal applications. *Curr. Sci.* 87, 44–53.
- Ferreira, S.L.C., Bruns, R.E., Ferreira, H.S., Matos, G.D., David, J.M., Brandão, G.C., da Silva, E.G.P., Portugal, L.A., dos Reis, P.S., Souza, A.S., dos Santos, W.N.L., 2007. Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods. *Anal. Chim. Acta* 597, 179–186.
- Kusuma, H.S., Mahfud, M., 2015. Box-Behnken design for investigation of microwave-assisted extraction of patchouli oil. *AIP Conf. Proc.* 1699.
- Manohar, M., Joseph, J., Selvaraj, T., Sivakumar, D., 2013. Application of Box Behnken design to optimize the parameters for turning Inconel 718 using coated carbide tools. *Int. J. Sci. Eng. Res.* 4, 620–642.
- Masood, H., Trujillo, F.J., 2016. Engineering Properties of Foods. *Ref. Modul. Food Sci.*

- Palmer, M. V., Ting, S.S.T., 1995. Applications for supercritical fluid technology in food processing. *Food Chem.* 52, 345–352.
- Paulucci, V.P., Couto, R.O., Teixeira, C.C.C., Freitas, L.A.P., 2013. Optimization of the extraction of curcumin from *Curcuma longa* rhizomes. *Brazilian J. Pharmacogn.* 23, 94–100.
- Rai, A., Mohanty, B., Bhargava, R., 2016. Supercritical extraction of sunflower oil: A central composite design for extraction variables. *Food Chem.* 192, 647–659.
- Rosidi, A., Khomsan, A., Setiawan, B., Riyadi, H., Briawan, D., 2016. Antioxidant potential of Temulawak. *Pakistan J. Nutr.*
- Salea, R., Widjojokusumo, E., Veriansyah, B., Tjandrawinata, R.R., 2014. Optimizing oil and xanthorrhizol extraction from *Curcuma xanthorrhiza* Roxb. rhizome by supercritical carbon dioxide. *J. Food Sci. Technol.* 51, 2197–2203.
- UV-VIS spectroscopy Voltammetry of of biological significant molecules, 1993. Evaluation 12, 1993.
- Wang, J., Liu, B., Chang, Y., 2014. Optimization of supercritical fluid extraction of geniposidic acid from plantain seeds using response surface methodology. *Green Chem. Lett. Rev.* 7, 309–316.
- Yatish, K. V., Lalithamba, H.S., Suresh, R., Arun, S.B., Kumar, P.V., 2016. Optimization of scum oil biodiesel production by using response surface methodology. *Process Saf. Environ. Prot.* 102, 667–672.

## DAFTAR NOTASI

Notasi	Keterangan	Satuan
P	Tekanan	MPa
T	Suhu	°C
F	Laju alir	mL/menit

***“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”***

## APPENDIKS

### 1. Perhitungan Yield

Data percobaan yang digunakan adalah *temulawak* pada tekanan 20 MPa, suhu 40°C, flowrate CO<sub>2</sub> 4 mL/menit dan etanol 2,5 mL.

Waktu (menit)	Massa awal (gr)	Massa akhir (gr)	Ekstrak (gr)	Akumulasi (gr)	Yield Total (%)	Massa Kurkumin dalam ekstrak (mg)	Yield Kurkumin (mg/gr sampel)
30	13,5902	13,6810	0,0908	0,0908	3,6588	0,0215	0,0087
60	13,6812	13,7282	0,0470	0,1378	5,5526	0,0067	0,0027
90	13,7418	13,7878	0,0460	0,1838	7,4062	0,0173	0,0069
120	12,9914	13,0080	0,0166	0,2004	8,0751	0,0223	0,0089
150	13,4604	13,4729	0,0125	0,2129	8,5788	0,0210	0,0085
180	12,8718	12,8855	0,0137	0,2266	9,1308	0,0261	0,0105

#### Data yang digunakan

Menit ke : 30 menit

Berat starting material : 2,4817 gr

Berat ekstrak : 0,0908 gr

- Yield Total ekstrak (%)

$$= \frac{\text{massa ekstrak (gr)}}{\text{massa starting material (gr)}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,0908 \text{ gr}}{2,4817 \text{ gr}} \times 100\%$$

$$= 3,6588 \%$$



Untuk mendapatkan yield keseluruhan ekstrak maka perlu dihitung masing-masing ekstrak hingga menit ke-180 kemudian dijumlahkan sehingga didapatkan Yield total ekstrak adalah sebesar 42,4024 %.

- Yield kurkumin

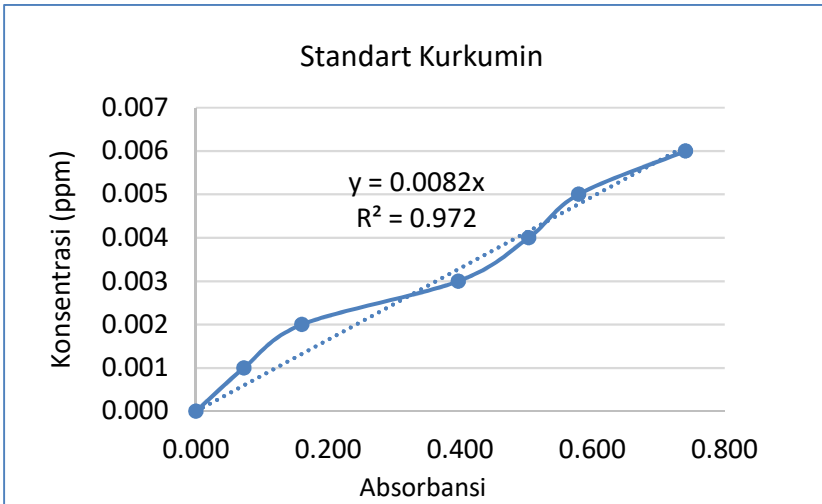
$$\begin{aligned}
 &= \frac{\text{massa kurkumin dalam ekstrak}}{\text{massa starting material}} \\
 &= \frac{0,0215 \text{ mg}}{2,4817 \text{ gr}} \\
 &= 0,0087 \text{ mg/gr sampel}
 \end{aligned}$$

Untuk mendapatkan yield kurkumin maka perlu dihitung masing-masing ekstrak hingga menit ke-180 kemudian dijumlahkan sehingga didapatkan Yield ekstrak kurkumin secara keseluruhan adalah sebesar 0,0463 (mg/gr sampel).

- Menghitung Kadar Kurkumin

Waktu (Menit)	Absorbansi	Massa ekstrak (gr)	Konsentrasi ekstrak di kuvet (mg/mL)	Konsentrasi kurkumin (mg/mL)
30	0,8734	0,1438	30,2667	0,0072
60	0,2737	0,2519	15,6667	0,0022
90	0,7037	0,3267	15,3333	0,0058
120	0,9066	0,3433	5,5333	0,0074
150	0,8544	0,3485	4,1667	0,0070
180	1,0629	0,3524	4,6	0,0087

- Kurva Kalibrasi Kurkumin



Persamaan :  $Y = 0,0082x$

Volume pelarut = 3 mL

- Konsentrasi Kurkumin
  - = *Absorbansi x slope kurva standart*
  - =  $0,8734 \times 0,0082$
  - =  $0,0071 \text{ mg/mL sampel}$
- Massa kurkumin dalam ekstrak
  - = *konsentrasi kurkumin x volume pelarut*
  - =  $0,0071 \frac{\text{mg}}{\text{ml}} \times 3 \text{ ml}$
  - =  $0,0215 \text{ mg}$

- Kadar kurkumin

$$\begin{aligned}
 &= \frac{\textit{konsentrasi kurkumin dalam ekstrak}}{\textit{konsentrasi kurkumin di kuvet}} \times 100\% \\
 &= \frac{0,0071 \frac{mg}{ml}}{30,2667 \frac{mg}{ml}} \times 100\% \\
 &= 0,0237 \%
 \end{aligned}$$

Untuk mendapatkan kadar keseluruhan ekstrak maka perlu dihitung masing-masing ekstrak hingga menit ke-180 kemudian dijumlahkan sehingga didapatkan kadar kurkumin dalam ekstrak adalah sebesar 0,5689 %.

## 2. Menghitung Recovery (%) kurkumin

$$\begin{aligned}
 &= \frac{\textit{Yield kurkumin dari ekstraksi CO2 Superkritis}}{\textit{Yield kurkumin dari ekstraksi sokhlet}} \times 100\% \\
 &= \frac{0,0086}{11,6443} \times 100\% \\
 &= 0,2032 \%
 \end{aligned}$$

Untuk mendapatkan kadar keseluruhan ekstrak maka perlu dihitung masing-masing ekstrak hingga menit ke-180 kemudian dijumlahkan sehingga didapatkan kadar total ekstrak adalah sebesar 4,8862 %.

## BIODATA PENULIS



**Pundhi Trionggo Jati**, lahir di Semarang, 16 Juli 1993. Penulis menempuh pendidikan formal yang dimulai di SD Santo Aloysius Semarang (1999-2005), dilanjutkan sekolah menengah pertama di SMP Negeri 5 Semarang (2005-2008), kemudian dilanjutkan pendidikan menengah atas di SMA Negeri 9 Semarang (2008–2011), dan melanjutkan pendidikan perguruan tinggi di PSD-III Teknik Kimia Universitas Diponegoro Semarang. Sekarang penulis sedang menempuh studi jenjang perguruan tinggi dengan mengambil Lintas Jalur Departemen S1 Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya. Pada tahun terakhir studi, penulis memilih Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran untuk menyelesaikan tugas akhir dan skripsi. Bersama partner dan dibawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng dan Dr. Siti Machmudah, S.T., M.Eng, penulis berhasil menyelesaikan Pra-Desain Pabrik “Gula Kristal Putih”. Pada semester akhir, penulis mengerjakan skripsi berjudul “Optimasi Ekstraksi Senyawa Fitokimia dari Temulawak menggunakan Fluida CO<sub>2</sub> Superkritis dan Etanol sebagai Entrainer dengan Metode Respon Permukaan Box Behnken Design”.

Phone : +6289667877262

Email : pundhi.t.jati@gmail.com

***“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”***



**Diano Wiradiestia**, lahir di Surabaya pada 11 Desember 1993. Penulis menempuh pendidikan formal dimulai pada pendidikan Sekolah Dasar di SDN Buah Batu Bandung (1999-2002) dan di SD YWKA Bandung (2002-2005), melanjutkan pendidikan sekolah menengah pertama di SMP Darul Hikam Bandung (2005-2008), kemudian melanjutkan pendidikan menengah atas di Madrasah Aliyah Negeri 1 Bandung (2008–2011), kemudian melanjutkan pendidikan perguruan tinggi di PSD-III Teknik Kimia Universitas Diponegoro Semarang (2011-2015). Sekarang penulis sedang menempuh studi jenjang perguruan tinggi dengan mengambil Lintas Jalur Departemen S1 Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya. Pada tahun terakhir studi, penulis memilih Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran untuk menyelesaikan tugas akhir dan skripsi. Bersama partner dan dibawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng dan Dr.Siti Machmudah, S.T., M.Eng, penulis berhasil menyelesaikan Pra-Desain Pabrik “Gula Kristal Putih”. Pada semester akhir, penulis mengerjakan skripsi berjudul “Optimasi Ekstraksi Senyawa Fitokimia dari Temulawak menggunakan Fluida CO<sub>2</sub> Superkritis dan Etanol sebagai Entrainer dengan Metode Respon Permukaan *Box Behnken Design*”.

Phone : +6281233173917

Email : dianowrdstia@gmail.com

***“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”***